



УНИВЕРЗИТЕТ У КРАГУЈЕВЦУ
ФАКУЛТЕТ ТЕХНИЧКИХ НАУКА У ЧАЧКУ

Радослав С. Сурла

**УТИЦАЈ ОДГРЕВАЊА НА СТРУКТУРНЕ
ТРАНСФОРМАЦИЈЕ И МАГНЕТНА
СВОЈСТВА ЛЕГУРЕ $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$**

докторска дисертација

Чачак, 2021. године

Аутор	
Име и презиме:	Радослав Сурла
Датум и место рођења:	16.01.1974. године у Загребу
Садашње запослење:	Војнобезбедносна агенција /Министарство одбране Републике Србије
Докторска дисертација	
Наслов: Утицај одгревања на структурне трансформације и магнетна својства легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$	
Број страница:	124
Број слика:	111
Број библиографских података:	179
Установа и место где је рад израђен: Универзитет у Крагујевцу, Факултет техничких наука у Чачку,	
Научна област (УДК):	620.179.142 : 621.3.011.21 (043.3)
Ментор:	Др Небојша Митровић, редовни професор, Универзитет у Крагујевцу, Факултет техничких наука у Чачку
Оцена и одбрана	
Датум пријаве теме: 28.08.2018. године	
Број одлуке и датум прихватања докторске дисертације: IV-04-1006/10 од 12.12.2018.	
Комисија за оцену подобности теме и кандидата:	
<ol style="list-style-type: none"> 1. др Небојша Митровић ред. проф., Универзитет у Крагујевцу – Факултет техничких наука у Чачку, научна област: Примењена физика, председник, 2. др Слободан Ђукић, ред. проф., Универзитет у Крагујевцу – Факултет техничких наука у Чачку, научна област: Електроника, члан, 3. др Милица Васић, научни сарадник, Универзитет у Београду – Факултет за физичку хемију научна област: Хемија, члан. 	
Комисија за оцену и одбрану докторске дисертације:	
<ol style="list-style-type: none"> 1. др Милица Васић, научни сарадник, Универзитет у Београду – Факултет за физичку хемију научна област: Хемија, председник комисије, 2. др Валентин Ивановски, научни сарадник, Универзитет у Београду, Институт за нуклеарне науке "Винча" – Институт од националног значаја за Републику Србију, научна област: Физика, члан 3. др Небојша Митровић ред. проф., Универзитет у Крагујевцу – Факултет техничких наука у Чачку, научна област: Примењена физика члан, 	
Датум одбране дисертације:	



UNIVERSITY OF KRAGUJEVAC
FACULTY OF TECHNICAL SCIENCES ČAČAK

Radoslav S. Surla

**INFLUENCE OF ANNEALING ON
STRUCTURAL TRANSFORMATIONS AND
MAGNETIC PROPERTIES OF THE
 $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ ALLOY**

Doctoral Dissertation

Čačak, 2021

Author	
Name and surname:	Radoslav Surla
Date and place of birth:	16.01.1974. Zagreb
Current employment:	Military Security Agency /Ministry of Defence Republic of Serbia
Doctoral Dissertation	
Title: Influence of annealing on structural transformations and magnetic properties of the Fe ₇₂ Cu ₁ V ₄ Si ₁₅ B ₈ alloy	
No. of pages:	124
No. of images:	111
No. of bibliographic data :	179
Institution and place of work: Faculty of Technical Sciences Čačak	
Scientific area (UDK):	620.179.142 : 621.3.011.21 (043.3)
Mentor: Dr Nebojša Mitrović, Full Professor, University of Kragujevac, Faculty of Technical Sciences Čačak	
Grade and Dissertation Defense	
Topic Application Date: 28.08.2018	
Decision number and date of the doctoral: IV-04-1006/10 on 12.12.2018	
Commission for evaluation of the scientific merit of the topic and eligibility of the candidate:	
<ol style="list-style-type: none"> 1. Nebojša Mitrović, Ph.D., Full Professor, University of Kragujevac, Faculty of Technical Sciences Čačak, 2. Slobodan Đukić Ph.D., Full Professor, University of Kragujevac, Faculty of Technical Sciences Čačak, 3. Milica Vasić, Ph.D., Research Associate, University of Belgrade, Faculty of Physical Chemistry. 	
Commission for evaluation and defense of doctoral:	
<ol style="list-style-type: none"> 1. Milica Vasić, Ph.D., Research Associate, University of Belgrade, Faculty of Physical Chemistry, scientific area: Chemistry, Chairman of the commission, 2. Valentin Ivanovski, Ph.D., Research Associate, University of Belgrade, "Vinča" Institute of Nuclear Sciences - National Institute of the Republic of Serbia, scientific area: Physics, member, 3. Nebojša Mitrović, Ph.D., Full Professor, University of Kragujevac, Faculty of Tehnical Sciences Čačak, scientific area: Applied Physics, member. 	
Date of Dissertation Defense:	

ЗАХВАЛНИЦА

Докторска дисертација је урађена менторским вођењем проф. др Небојше Митровића, коме се захваљујем на подршци при реализацији експеримената и помоћи око уређивања научних текстова који су садржани у овој дисертацији. Резултати су публиковани у иностраним и националним часописима и саопштени на међународним и националним конференцијама.

Експерименти који су реализовани у склопу ове дисертације урађени су у више различитих лабораторија на различитим факултетима и научноистраживачким институтима. Захвалност упућујем проф. емиритусу, др Алекси Маричићу са ФТН Чачак, на дискусијама у вези са магнетним мерењима и помоћи око креирања методе Фарадејеве ваге на Војнотехничком институту. Овом методом сам успео експерименталним путем разјаснити услове при којима се јавља инверзни магнетни хистерезис, а који је и данас у свету недовољно истражен феномен.

Посебну захвалност упућујем проф. др Драгици Минић и др Милицы Васић на реализацији диференцијално-термичке анализа испитиване легуре на Факултету за физичку хемију, Универзитета у Београду, као и помоћи око анализе резултата. Такође, им се захваљујем на реализацији структурних анализа узорака легуре и тумачењу резултата. Анализа површине узорака рађена је са микроскопом атомских сила на Технолошко-металуршком факултету, Универзитета у Београду и скенирајућим електронским микроскопом на Војнотехничком институту. Др Драгици Минић и др Милицы Васић се додатно захваљујем на координацији и кореспонденцији са лабораторијама где су вршени експерименти структурне анализе.

Захваљујем се др Љубици Радовић на припреми узорака и реализацији анализе скенирајућим електронским микроскопом и додатком за EDS анализу у Војнотехничком Институту.

Посебну захвалност исказујем и др Ани Умићевић, вишем научном сараднику и др Валентину Ивановском, научном сараднику Лабораторије за нуклеарну и плазма физику Института за нуклеарне науке „Винча“ - Института од националног значаја за Републику Србију Универзитета у Београду, на реализацији Месбауерове спектроскопије и помоћи око обраде резултата.

Захвалност упућујем и др Владану Кусигерском и др Миодрагу Митрићу, научним саветницима Лабораторије за теоријску физику и физику кондензоване материје Института за нуклеарне науке „Винча“. Поред XRD анализе коју је радио др Митрић, урађена су магнетна мерења на уређају SQUID, за који је др Владан Кусигерски извршио припрему узорака, а потом помогао у техничкој обради и тумачењу инверзног магнетног хистерезиса.

Кључне методе за реализацију електро-магнетних мерења реализоване су уз подршку Војнотехничког института, те се овом приликом захваљујем пуковнику др Ивану Покрајцу на уступљеним ресурсима Лабораторије за електромагнетну компатабилност.

Ову дисертацију посвећујем мојој породици, која ми је била посебна подршка када ми је било тешко, а поготово када сам вршио обраду и публиковање научних резултата и писао докторску дисертацију, а које се одвијало паралелно са мојим обавезама на послу које нису биле директно у вези са мојим ангажовањем на докторским студијама.

АПСТРАКТ

У овој дисертацији су приказани резултати испитивања легуре $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$, која припада фамилији FINEMET-типа легура. Легура је израђена ултрабрзим хлађењем растопа легуре на ротирајућем диску. Добијена легура има већ формиране нанокристалне фазе ($\alpha\text{-Fe(Si)}$ и Fe_{23}B_6 фазе), које се налазе у аморфној матрици, што је установљено XRD анализом и Месбауеровом спектроскопијом. Поред тога, Месбауеровом спектроскопијом је установљено постојање знатно више кристалних фаза које због мале заступљености нису детектоване XRD анализом. Легура је термички третирана, што је индуковало структурне промене које су допринеле промени магнетних својстава. ДТА анализом је легура загревана до 1073 К, различитим брзинама ($\beta = 5\text{K/min}$, 10K/min и 20K/min), којом су установљена два кристалizaciona пика: (i) од 750 К до 780 К и (ii) од 875 К до 900 К (за $\beta = 5\text{K/min}$). Оба пика су несиметрична, што указује на сложеност процеса кристализације. Ови пикови одговарају једном термомагнетном пику у интервалу од 745 К до 875 К (за $H=7960\text{A/m}$ и $\beta = 4\text{K/min}$). Термомагнетним мерењима је установљена Киријева температура аморфне фазе легуре која износи око 615 К и Киријева температура искристалисане легуре која износи око 875 К.

Након тога су узорци облика траке одгревани различитим температурама ($T_{\text{an}} = 573\text{K} - 973\text{K}$). Установљено је да је при $T_{\text{an}} = 773\text{K}$ дошло до највећег повећања магнетизације засићења, M_s уз минимално повећање коерцитивног поља, H_c . Повећање M_s се објашњава увећањем заступљености $\alpha\text{-Fe(Si)}$ фазе, са порастом T_{an} , услед трансформације аморфне у кристалну фазу. Просечна величина новоформираних кристалита $\alpha\text{-Fe(Si)}$ фазе иста је као и величини кристалита у неодгреваној легури до $T_{\text{an}} = 773\text{K}$. При $T_{\text{an}} > 773\text{K}$ долази до наглог повећавања просечне величине кристалита ове фазе, што узрокује слабију покретљивост магнетних домена, због чега се смањује M_s . Исти тренд промена M_s уочен је и за лонгитудиналну и нормалну (перпендикуларну) оријентацију узорка у магнетном пољу у односу на температуру одгревања.

Константан пораст H_c са порастом T_{an} , повезано је са боридним фазама гвожђа, чији се удео са одгревањем такође повећава. Наиме, одгревањем се метастабилна фаза Fe_{23}B_6 трансформише у стабилну Fe_2B фазу, а процес се завршава на $T_{\text{an}} = 723\text{K}$. Немагнетни атоми бора (В) који окружују $\alpha\text{-Fe}$ смањују изменску интеракцију атома Fe, што је разлог деградације магнетно меких својстава.

Одгреване траке су анализирани и Месбауеровом спектроскопијом, где су резултати показали да ни један од подспектара у потпуности не одговара идентификованим фазама Fe_{23}B_6 и Fe_2B . Ово се објашњава растворљивошћу елемената Si и V у кристалној решетки Fe, као и блиског атомског фактора расејања атома Fe и V, па се претпоставља да у кристалним решеткама ових фаза има у мањој мери уграђених атома V и Si. Поред тога на основу подспектара који кореспондирају Fe(Si) фази, претпоставља се да у појединим деловима ове фазе има различитог распореда првих суседа атома Fe, као и уграђеног V, што указује на постојање и других облика кристалних решетки ове фазе. Ове претпоставке су потврђене скенирајућим електронским микроскопом где су EDS анализом детектована одређена зрна богата ванадијумом. Такође, овом методом пронађена су и места богата бакром, што сугерише на постојање кластера атома бабра који се први издвајају приликом кристализације FINEMET система и исти поспешују нуклеацију $\alpha\text{-Fe(Si)}$ фазе.

Анализом магнетних својстава, уочен је тренд пораста M_s са порастом T_{an} до 773 К и за лонгитудиналан и за нормалан положај траке у односу на магнетно поље. Наиме, код нижих вредности магнетног поља, при лонгитудиналној оријентацији траке,

магнетизација је вишеструко већа у односу на нормалан положај траке, чиме је потврђено да се лака оса магнетизације налази дуж траке. Даље, одгревањем долази до промене коефицијента магнетнокристалне анизотропије легуре која је у директној корелацији са променом H_c . Ова претпоставка је потврђена испитивањем магнетно-импедансног ефекта легуре, где је утврђено да је поље магнетне анизотропије (H_k) знатно веће у неодгреваном него у одгреваним узорцима, што сугерише да се одгревањем лака оса магнетизације помера према лонгитудиналној оси траке.

Испитивањем статичког магнетног хистерезиса, установљено је да је хистерезис инверзан (*eng. Inverted hysteresis loop*) за узорке краће од 10 mm (при дебљини од 55 μm и ширини од 1,5 mm). Овај ефекат је уочен и код дужих узорака (15 mm) али при нормалној оријентацији магнетног поља у односу на дуж узорка.

Такође, испитивањем магнетног хистерезиса, уочен је његов померај у односу на $H=0$ осу (*eng. Exchange bias effect*), до којег долази услед изменске интеракције између различитих компоненти магнетизације. Даље, установљена је и корелисаност магнетног хистерезиса са структурним променама индукованим одгревањем. Наиме, максималан померај у десно магнетног хистерезиса у односу на $H=0$ осу је код узорка одгреваног на 723 K. За исти узорак уочено је да је потребно минимално магнетно поље у првом квадранту координатног система на коме се хистерезис мења из инверзног у нормалан облик.

Посебност ових ефеката је у томе што су они уочени испитивањем узорака на собној температури, без претходног утицаја магнетног поља.

У дисертацији су приказани и резултати испитивања утицаја температуре одгревања на магнетно-импедансни (МИ) ефекат. Резултати показују да је легура одгревана на температури од 773 K оптимизована и да је тако добијен максималан МИ однос од 204% до $H_{\text{max}}=21,2 \text{ kA/m}$ (при фреквенцији од 7,15 MHz и $H=0$), а што је за 51% веће у односу на неодгревани узорак. Такође, испитана је и линеарност и осетљивост МИ криве са аспекта њене примене као МИ сензора. Линеарност опадајућег МИ односа је најизраженија код траке одгреване на 773 K, за ниже вредности максималног поља и при фреквенцији од 4,34 MHz, где је и осетљивост МИ односа највећа. Поље магнетне анизотропије (H_k) је највеће код неодгреване легуре, али је за растући МИ однос за $H_{\text{max}}=H_k$ најбоља линеарност и осетљивост код узорка траке одгреване на 823 K.

КЉУЧНЕ РЕЧИ: $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ нанокристална/аморфна трака, магнетни домени, Месбауеров ефекат, кристализација, микроструктура, структурне трансформације, магнетна својства, инверзна магнетна крива, ефекат помераја хистерезиса у односу на $H=0$ осу, магнетно-импедансни ефекат.

ABSTRACT

This dissertation presents the results of examination of the alloy $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$, which belongs to the FINEMET-type family of alloys. The alloy was prepared with a rapid quenching of the melt on a rotating disc. The as-prepared alloy already contains nanocrystals of $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ and Fe_{23}B_6 phases, in an amorphous matrix, that is observed by XRD analysis and by Mössbauer spectroscopy. In addition, Mössbauer spectroscopy revealed the existence of significantly more crystal phases that, due to their low presence, were not detected by XRD analysis. The alloy was thermally treated, which induced structural changes that contributed to the changes in magnetic properties. First, the alloy was heated to 1073 K, at different rates ($\beta = 5\text{K/min}$, 10K/min and 20K/min), and two crystallization peaks were found by DTA analysis: (i) from 750 K to 780 K, and (ii) from 875 K to 900 K (for $\beta = 5\text{K/min}$). Both peaks are asymmetric, which indicates the complexity of the crystallization process. These peaks correspond to a single thermomagnetic peak in the range from 745 K to 875 K (for $H = 7960\text{ A/m}$ and $\beta = 4\text{K/min}$). Thermomagnetic measurements revealed the Curie temperature of the amorphous phase of the alloy at 615 K, and the Curie temperature of the crystallized alloy at 875 K.

After that, the ribbon-shaped samples were annealed at different temperatures ($T_{\text{an}} = 573\text{ K} - 973\text{ K}$). It was found that at $T_{\text{an}} = 773\text{ K}$ there was the huge increase in saturation magnetization (M_s) with a minimal increase in the coercive field (H_c). The increase in M_s is explained by the increase of the abundance of $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ phase, with the increase of T_{an} , due to the transformation of amorphous into crystalline phase. The average size of the evolved crystallites of $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ phase is the same as the size of crystallites in the as-prepared alloy up to $T_{\text{an}} = 773\text{ K}$. At $T_{\text{an}} > 773\text{ K}$ there is a sharp increase in the average size of crystallites of this phase, which causes slow mobility of magnetic domains due to reduced width of the domain walls, that is why the M_s decreases. The same trend of changes in M_s was observed for both longitudinal and perpendicular orientation of the sample in the magnetic field with increase of the annealing temperature.

The constant increase of H_c with the increase of T_{an} is connected with the boride phases of iron, whose weight fraction also increases with the annealing. By annealing, the metastable phase Fe_{23}B_6 is transformed into a stable Fe_2B phase, and the process ends at $T_{\text{an}} = 723\text{ K}$. Non-magnetic boron atoms (B) surrounding $\alpha\text{-Fe}$ reduce the exchange interaction of Fe atoms, and consequently, the degradation of magnetically soft properties occurs.

The annealed ribbons were also analysed by Mössbauer spectroscopy, where the results showed that none of the sub-spectra fully corresponded to the identified Fe_{23}B_6 and Fe_2B phases. This is explained by the solubility of the elements Si and V in the crystal lattice of Fe, as well as by the similar atomic scattering factor of Fe and V atoms. It is assumed that some of V and Si atoms are embedded in the crystalline lattices of these phases. In addition, based on the sub-spectra corresponding to the Fe (Si) phase, it is assumed that in some parts of this phase there is a different arrangement of the first neighbors of the Fe atom, as well as a built-in V, which indicates the existence of other crystalline forms of this phase. These assumptions were confirmed by scanning electron microscopy where certain vanadium-rich grains were detected by EDS analysis. Also, with this method, copper-rich sites were found, which suggests the existence of clusters of copper atoms that are formed at the onset of crystallization of the FINEMET system and they accelerate the nucleation of the $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ phase.

By analyzing the magnetic properties, the same trend of change of M_s was observed with the increase of T_{an} for the longitudinal and for the perpendicular position of the ribbon in relation to magnetic field. At lower values of magnetic field, for longitudinal orientation of the ribbon,

the magnetization is higher in relation to the perpendicular position of the ribbon, which confirms that the easy axis of magnetization is along the ribbon. Also, by annealing, the coefficient of magnetic crystal anisotropy of the alloy changes, which is in direct correlation with the change in H_c . This assumption was confirmed by examining the magnetoimpedance of the alloy, where it was observed that the field of magnetic anisotropy (H_k) is significantly larger in the as-prepared than in annealed ribbons. The annealing caused the movement of easy axis of magnetization towards the longitudinal axis of the ribbon.

By examining static magnetic hysteresis, an inverted hysteresis loop was found for samples shorter than 10 mm (with thickness of 55 μm and width of 1.5 mm).

Also, by examining magnetic hysteresis, exchange bias effect was observed, which occurs due to the exchange interaction between different magnetic phases in the ribbon. The correlation between magnetic hysteresis and structural changes induced by annealing was observed. Namely, the maximum shift of the magnetic hysteresis to the right in relation to the $H = 0$ axis is in the sample annealed at 723 K. For the same sample it was noticed that a minimum magnetic field is needed in the first quadrant where the hysteresis changes from inverted to normal shape.

These effects were observed by examining the samples at room temperature, without the previous influence of the magnetic field.

The results of the investigation of the influence of the annealing temperature on the magnetoimpedance (MI) effect are also presented. The alloy annealed at a temperature of 773 K exhibits the maximum MI ratio of 204% at $H_{\text{max}} = 21.2 \text{ kA / m}$ (at a frequency of 7.15 MHz and $H = 0$), that is 51 % higher than for the as-prepared sample. Also, the linearity and sensitivity of the MI ratio were examined from the aspect of its application as an MI sensor. The linearity of decreasing MI part is most pronounced in the ribbon annealed at 773 K, for lower values of the maximum field and at the frequency of 4.34 MHz, where the sensitivity of the MI ratio is the highest. The magnetic anisotropy field (H_k) is the most pronounced for the as-prepared alloy. However, for the increasing MI part, at $H_{\text{max}} = H_k$, the best linearity and sensitivity are observed in the sample annealed at 823 K.

KEY WORDS: $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ nanocrystalline/amorphous alloy, magnetic domains, Mössbauer effect, crystallization, microstructure, structural transformations, magnetic properties, inverted hysteresis loop, exchange bias effect, magneto-impedance effect.

САДРЖАЈ

1. УВОД.....	1
2. ТЕОРИЈСКИ ДЕО.....	3
2.1. Кристални, аморфни и нанокристални материјали.....	3
2.2. Добијање аморфних / нанокристалних металних легура.....	4
2.3. Основна својства аморфних / нанокристалних легура и њихова доменска структура.....	7
2.4. Магнетна својства металних легура.....	11
2.4.1. Магнетна хистерезисна крива.....	11
2.4.2. Инверзна магнетна хистерезисна крива (Хистерезис са негативном реманентном магнетизацијом).....	14
2.4.3. Ефекат помераја хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу (exchange bias effect).....	18
2.4.4. Магнетно-импедансни ефекат.....	20
2.4.4.1. Утицај облика траке на МИ ефекат.....	22
2.4.4.2. Утицај положаја траке у магнетном пољу на МИ ефекат.....	25
2.4.4.3. Утицај одгревања на МИ ефекат.....	27
3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ДЕО.....	32
3.1. Израда траке састава $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$	32
3.2. Генератор хомогеног магнетног поља.....	32
3.2.1. Поље у оси соленоида.....	32
3.2.2. Поље у оси калема.....	33
3.2.3. Поље у оси пара калемова (систем Хелмхолцових калемова).....	34
3.3. Мерење магнето-импедансе на вишим фреквенцијама.....	38
3.4. SQUID (Superconducting quantum interference device).....	42
3.5. Мерење магнетних величина Фарадејевом методом.....	44
3.6. Рендгеноструктурна анализа.....	45
3.7. Месбауерова (Mössbauer–ова) спектроскопија.....	47
3.8. Микроскоп атомских сила.....	50
3.9. Скенирајући електронски микроскоп.....	51
3.10. Диференцијално-термичка анализа (DTA).....	52
4. РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА.....	54
4.1. Структурна анализа легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$	54
4.1.1. Анализа површине легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$	54
4.1.1.1. Снимање површине МОКЕ микроскопом.....	54
4.1.1.2. Испитивање површине узорка легуре микроскопом атомских сила... ..	55
4.1.1.3. Испитивање узорка легуре скенирајућим електронским микроскопом.....	58
4.1.2. Диференцијална термичка анализа узорака легуре.....	59
4.1.3. XRD анализа узорка легуре.....	60
4.1.4. Месбауерова спектроскопија узорака легуре.....	65
4.1.5. Кинетика процеса у чврстом стању узорка легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$	72
4.2. Магнетна својстава легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$	74

4.2.1. Утицај одгревања на магнетизацију легуре мерен методом SQUID	74
4.2.2. Магнетна својства мерена магнетометром са вибрирајућим узорком (<i>Vibrating Sample Magnetometer</i>) – VSM.....	79
4.2.2.1. Утицај положаја узорка легуре у магнетном пољу на магнетизацију..	80
4.2.2.2. Утицај облика узорка легуре на магнетизацију.....	81
4.2.2.3. Термомагнетна мерења легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$	82
4.2.3. Магнетна својства мерена Фарадејевом вагом.....	85
4.2.3.1. Испитивање утицаја дужине узорка траке на изглед магнетног хистерезиса методом Фарадејеве ваге.....	85
4.2.3.2. Испитивање утицаја температуре одгревања узорка на магнетизацију Фарадејевом вагом	87
4.2.5. Магнетно-импендансни ефекат.....	88
4.2.5.1. Испитивање линеарности МИ-односа.....	92
4.2.5.2. Утицај реманентне магнетизације на импедансу	98
5. ЗАКЉУЧАК.....	100
ЛИТЕРАТУРА.....	104
ПРИЛОЗИ.....	114
БИОГРАФИЈА.....	118
ДОДАТАК.....	122
А) Изјава аутора о оригиналности докторске дисертације.....	122
Б) Изјава аутора о искоришћавању докторске дисертације.....	123

1. УВОД

Нанокристалне легуре на бази гвожђа имају специфична магнетна и електрична својства у односу на кристалне магнетне легуре добијене на бази гвожђа и све је већа њихова примена. Једна од првих таквих легура која је нашла велику примену је нанокристална легура „FINEMET“ састава: $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ (произвођач „Hitachi Metals“). Легура се у пракси примењује за филтере електро-магнетне интерференције (ЕМИ) као језгро калема, затим за оклапање електронских компоненти или проводника, за апсорбере електромагнетног поља, као и за струјне и магнетне сензоре. Користе се и за израду језгара високонапонских импулсних трансформатора и високофреквентних трансформатора велике снаге. Комерцијалне нанокристалне материјале ових система производе водећи светски произвођачи: *Hitachi Metals*, јапанске групације *Hitachi group*, *Vacuumschmelze GmbH* из Немачке и *Allied Corp.* из САД-а.

Основна својства магнетно меких нанокристалних легура огледа се у вишим вредностима магнетне пермеабилности (μ_i и μ_s) уз ниже вредности коерцитивног поља (H_c) и вишу вредност магнетизације засићења (M_s). На бази ове легуре, добијена је група нанокристалних материјала система Fe-Cu-M-Si-B, где је M= Cr, V, Mo, Nb, Ta и W и назива се „FINEMENT тип легура“. Истраживања ове групе легура почела су пре три деценије, а јапански истраживачи *Yoshizawa* и *Yamauchi* су творци исте [1]. Улога атома бакра (Cu) је нуклеација, јер кластери ових атома служе као центри нуклеације око којих се формирају нанокристални кластери $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ фазе која је носилац магнетичности легуре [2 – 4]. Атоми силицијума (Si) и бора (B), доприносе стварању аморфне структуре, али појавом кристалних боридних фаза гвожђа (Fe_2B или/и Fe_3B , Fe_{23}B_6), долази до нарушавања магнетно меких својстава легуре [2, 3]. Присуство атома M= Nb, Ta, V, W, Cr и Mo обезбеђује спорији раст кристала $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ према следећем: Ta > Nb > Mo > W > V > Cr [1]. Експерименталним путем је утврђено да је величина кристалита фазе $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$: 11,9nm за Ta; 12,5nm за Nb, 15nm за Mo; 15,3nm за W; 41nm за V и 46.5nm за Cr [1]. Погодност примене Nb није само повезана са чињеницом да се његови атоми не уграђују у решетку $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$, већ се око ових зрна формира слој Nb који умањује дифузију атома Fe и Si [3]. Херцер (*Herzer*) је испитивао утицај величине кристалита $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ на магнетна својстава материјала (магнетно-кристална анизотропија, магнетострикција, коерцитивно поље и магнетна пермеабилност). Величина кристалног зрна, D, у релацији је са коерцитивним пољем (H_c) у следећем односу: $H_c \sim 1/D$ („Магеров 1/D закон“). Код конвенционалних материјале, D је веће од 1 μm . За кристалите величине до 100 nm, уочена је зависност $H_c \sim D^6$ и $\mu_i \sim D^{-6}$, што је у литератури познато као „Херцеров D^6 закон“ [2]. Вредност μ_i је почетна магнетна пермеабилност која се добија приликом првог магнетисања материјала и доминантна је величина која карактерише магнетни материјал и по њој се они пореде у смислу магнетичности.

У овој дисертацији истраживана су магнетна и структурна својства нанокристалне легуре $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ у циљу добијања закључака о могућностима њене примене. Код одређене групе легура у облику краћих трака или жица које су по структури сличне испитиваној легури, добијено је да је магнетна хистерезисна крива инверзна (са негативном реманентном магнетизацијом – НРМ) и да је померена у односу на $H = 0$ осу, што је својствено и за испитивану легуру. Ефекти су детаљније описани у поглављима 2.4.2. и 2.4.3.

Једна од значајних примена ове групе легура је израда сензора магнетног поља који раде на принципу магнетно-импедансног (МИ) ефекта. Ови сензори имају високу осетљивост и до око 10%/(kA/m), те су примену нашли у различитим сферама. Користе се на местима

где је потребна велика осетљивост магнетног поља, као и у медицинске сврхе, где је могуће пратити малигне промене виталних људских органа.

МИ ефекат се дефинише као релативна промена импедансе магнетног елемента, под утицајем спољашњег DC магнетног поља и може имати вредност већу од 100%, и тада тај ефект добија префикс „гигантски“ (ГМИ). Иако је и у ранијем периоду испитиван утицај наизменичне струје на магнетне материјале, сматра се да је МИ ефекат откривен и дефинисан у садашњем облику деведесетих година XX века [5-11].

Утицај на промену МИ ефекта има структура магнетних домена и скин ефекат, који се мењају при деловању спољњег магнетног поља, као и фреквенција струје која при мерењу пролази кроз елемент. Важно је напоменути да утицај на ефекат има и магнетно поље које се јавља услед протицања наизменичне струје, а које зависи од њене јачине.

Код анализирања МИ ефекта, пожељно је да он буде што већи, тиме је осетљивост МИ елемента већа. Адекватним избором и комбинацијом конститутивних елемената у легури постиже се најповољнији однос. При томе су битне вредности dc магнетног поља и фреквенције f при максималном МИ односу, као и област линеарности МИ односа.

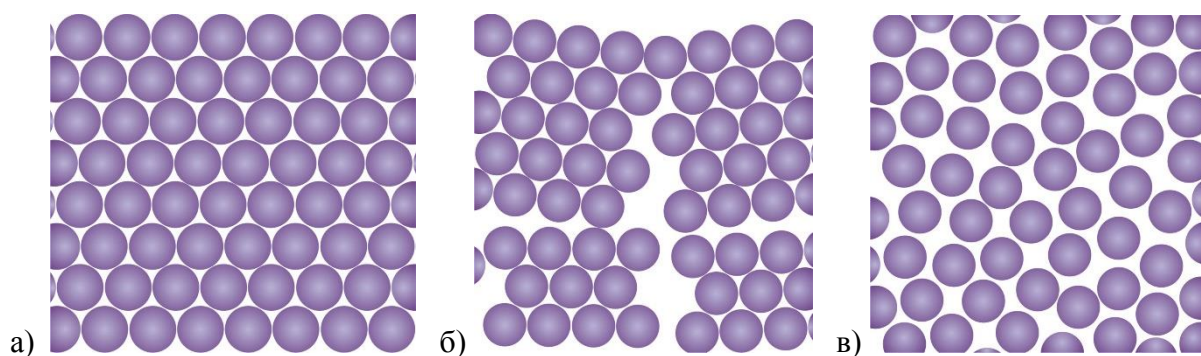
Испитивана легура се сврстава у групу магнетно меких магнетних материјала на бази гвожђа, која у односу на аморфне легуре на бази кобалта (Co) има мало већу вредност коерцитивног поља (од 2 A/m до 200 A/m) и нешто нижу вредност магнетне пермеабилности. По спецификацији произвођача, легура FINEMET, Киријева температура износи око 840 K [12], што је знатно више у односу на друге материјале. Специфична еластична отпорност је релативно велика (око 120 $\mu\Omega\text{cm}$). Ова група материјала има занемарљиву вредност магнетострикције у засићењу ($\lambda_s < 10^{-6}$), магнетна индукција засићења (B_s) износи око 1,3 T, а однос реманентне индукције и индукције засићења (B_r/B_s) износи око 0,8 [12]. Групу нанокристалних легура карактерише ултрафина микроструктура, где је величина кристалита (bcc α -Fe(Si)) у распону 10 nm – 40 nm [1,2].

2. ТЕОРИЈСКИ ДЕО

2.1. Кристални, аморфни и нанокристални материјали

На основу распореда атома у простору можемо разликовати одређене групе материјала. **Кристална структура** има тродимензионалан и правилан распореда атома или јона у чврстом телу „на даљину”, односно транслаторно периодични поредак. Ако је правилан распоред атома у целој запремини, тада је материјал **монокристал**, (сл. 1 а)), и има анизотропска физичка и механичка својства, при чему је прелазак из течне у чврсту фазу на константној температури. Ако се правилан распоред атома јави на више мањих места у материјалу, при чему је свака група атома међусобно различито оријентисана, онда је такав материјал **поликристалан**. Може се рећи да је поликристални материјал у ствари састављен од великог броја монокристала различите величине спојених у једну целину (сл. 1 б)), где је сваки анизотропни кристал различито оријентисан, тако да је поликристалан материјал збирно „квази изотропан“. За поликристални материјал је такође својствено да је прелазак из чврсте у течну фазу на константној температури, односно тачно је дефинисана тачка топљења [13].

Чврсто тело може бити сачињено без понављања тродимензионалног распореда атома, и за такву структуру кажемо да је **аморфна** (сл. 1 в)). Ови материјали су изотропни и имају правилан распореда атома или јона „на близину”. Аморфну структуру имају: већина полимерних материјала, стакло и металне легуре које се добијају посебним технологијама. Атомска структура аморфних материјала је веома слична структури течности [13], с тим што је покретљивост атома знатно већа у течном стању. Из разлога што растојања између честица нису једнака, нису једнаке ни привлачне силе међу њима, тако да не постоји нагли прелаз из чврстог у течно стање.



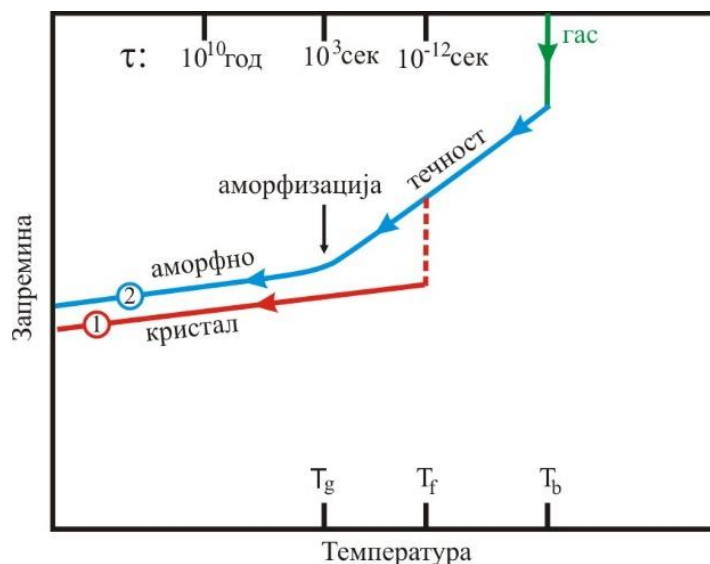
Сл. 1 Структуре материјала: а) монокристал, б) поликристал, в) аморфни материјал [13].

Термодинамичка метастабилност аморфног материјала може се сматрати основним својством по коме се он разликује од течности. Неравнотежно стање код аморфног материјала остаје непромењено у одређеном температурном и временском интервалу и назива се интервал температурне и временске стабилности. Сагласно томе проблем стабилности аморфне супстанце се посебно разматра, где се проучава под којим условима долази до кристализације аморфне супстанце. Поликристални материјали сачињени су од великог броја кристалних зрна који могу садржати један или више јединичних кристала односно *кристалита* који су различитих облика и димензија. Материјали где су кристалити нанометарског мерног опсега називају се **нанокристални** материјали (углавном испод 100 nm). Кристализација настаје хлађењем течног или грејањем аморфног материјала. Она започиње нуклеацијом, као центром кристализације

око које се даље формира кристално зрно, које може расти и увећавати се даљим термичким третманима [13].

2.2. Добијање аморфних/нанокристалних металних легура

Готово да се истим техникама могу добити аморфне и нанокристалне легуре, мада је у пракси могуће добити и материјале који садрже у одређеном односу аморфну и нанокристалну структуру. Каснијим термичким третманима, аморфна структура се трансформише потпуно или делимично у нанокристалну, у зависности од захтеваних својстава материјала (механичка и електромагнетна). Постоји више метода добијања аморфних металних структура, а већина се заснива на различитим техникама хлађења. Материјали из течног или гасовитог стања прелазе у чврсто (аморфно) стање. Хлађење легуре мора се извршити екстремно брзо (око 10^{-6} s), где оптимална брзина хлађења зависи од састава легуре. Ради добијања хомогених структура потребно је обезбедити константну брзину хлађења [14, 15]. Поред ових, постоје и хемијске, електрохемијске, механохемијске, ласерске и електролучне методе добијања аморфних структура [15].



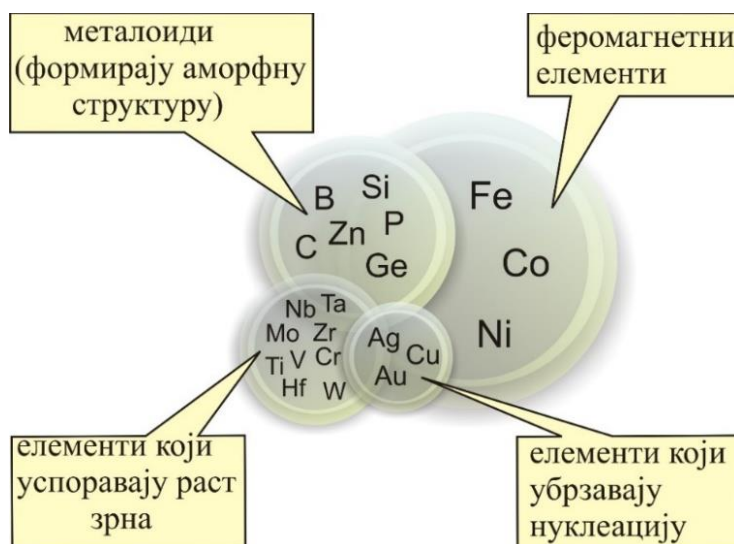
Сл. 2 Шематски приказ добијања чврстог стања из гасовитог:
1- кристалне, 2- аморфне легуре [13, 15].

Са дијаграма са слике сл. 2 [15] се уочава да течност очвршћава: (i) дисконтинуално (крива 1, означена црвеном бојом), чији је продукт кристална структура, или (ii) континуално (крива 2, означена плавом бојом) чији је продукт аморфна структура. На дијаграму су и приказане карактеристичне температуре: (i) T_b , температура преласка супстанце из гасовитог у течно стање које је праћено скоковитим смањењем запремине (крива зелене боје), (ii) T_f , температура на којој течност очвршћава, односно настаје кристална фаза (крива бр. 1, црвене боје) и (iii) T_g , температура остакљивања (стакласти прелаз) у чијој околини настаје аморфна фаза [15].

Када се процес хлађења одвија спорије течност дисконтинуално очвршћава, односно запремина се скоковито смањује при T_f (испрекидана крива црвене боје), а даље смањивање запремине у односу на температуру хлађења је линеарно. Када се процес очвршћавања одвија изузетно брзо, промена запремине је постепена (у уском интервалу температура око T_g), при чему се у интервалу од T_b до T_g , запремина брже смањује са смањењем температуре, док је ова брзина знатно мања (идентична као и код кристалне фазе) за температуре испод T_g (крива бр. 2 плаве боје) [15].

Постоје емпиријски услови који најповољније утичу на формирање аморфне металне структуре [15]: (i), потребно је да легура садржи бар три компоненте, (ii) легура мора да садржи елементе различитих атомских димензија (минимална разлика 12%) чија је топлота мешања блиска нули, (iii) метална компонента мора имати негативну топлоту мешања са неметалом, (iv) стандардан садржај неметала (металоида) је око 20%.

Уобичајени састав аморфних и нанокристалних легура у којима су наведени хемијски елементи приказано је на сл. 3. [16]



Сл. 3 Хемијски елементи којима се добија аморфна структура [16].

До сада је развијено више метода за добијање аморфних/нанокристалних металних легура метала [15]: (i) брзим хлађењем растопа из течног стања, (ii) кондензовањем пара метала на охлађеној подлози у атмосфери вакуума, (iii) распршивањем (*eng. sputtering*), којим се атоми из извора уклањају бомбардовањем високоенергијским атомима инертног гаса, (iv) хемијском или електрохемијском депозицијом, (v) ласерским „каљењем“, (vi) деловањем јаког електричног поља на метални растоп из којег се издвајају јони, (vii) хлађењем материјала загрејаног у електро-лучној пећи.

Добијање аморфне легуре брзим хлађењем из течног стања

Овим поступком добијају се аморфне легуре различитих облика [10,15]. Растоп легуре се нагло хлади различитим техникама којима се добијају крајњи производи у облику жице или траке. Комплетан процес одвија се најчешће у заштићеној, односно инертној атмосфери (вакуум, азот, аргон или хелијум).

Метода хлађења растопа легуре на ротирајућем диску (*Melt spinning*)

На овај начин добијају се аморфни производи и у облику жице 1 μm – 300 μm [17] и у облику танких трака до 200 μm . Брзине хлађења износе 10^3 K/s – 10^7 K/s , у зависности од врсте легуре [19]. Очвршћавање растопљене легуре мора испуњавати одређене услове да се уместо производа у облику жице или траке не би стварале очврснуће капљице. Ово се постиже испуњеношћу следећих услова: (i) између места истискивања легуре на ротирајућу диск мора бити одговарајућа дистанца, која приликом процеса производње мора бити на фиксној удаљености, под одређеним углом, (ii) расхладни

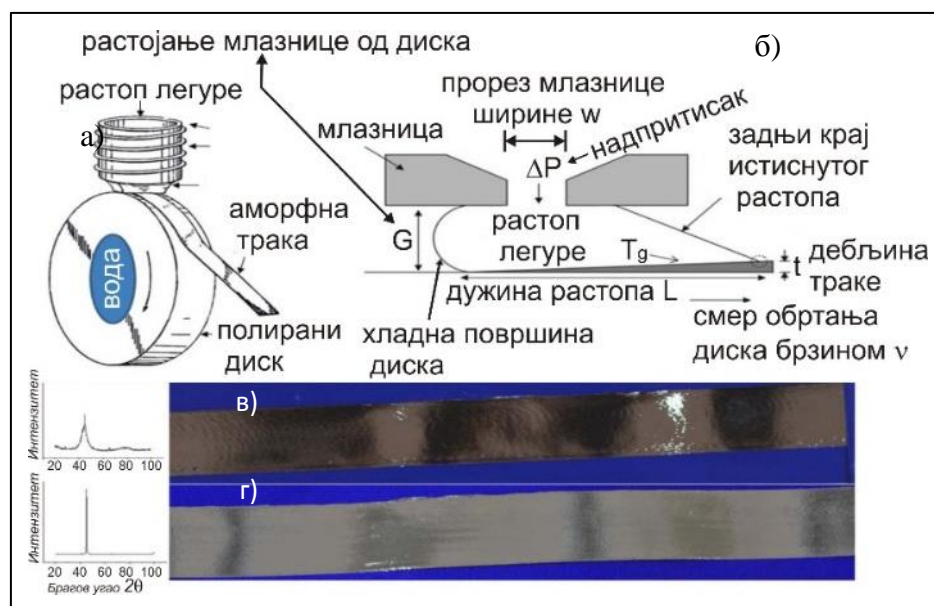
флуид мора имати низак вискозитет и површинско напрезање, (iii) хлађење треба бити континуално, константном брзином, што се постиже константном брзином ротирања расхладне површине (диска) како би производ био хомоген [10, 20].

Остваривање константне температуре хлађења, у опсегу преласка из течне фазе у фазу аморфизације (у околини T_g) у пракси је тешко постићи јер долази до загревања диска приликом одвођења топлоте од течне легуре која константно пада на ротирајућу површину. Једно од решења развио је и патентирао *Ohnaka* [21], где се добијање аморфних жица врши унутар цилиндра који се споља хлади водом и позната је под називом „In-rotating water spinning“. Индукциони грејач и механизам за убризгавање растопа налази се унутар цилиндра, тако да се растоп истискује на унутрашњу страну цилиндра чиме се обезбеђује нагло хлађење, а под дејством центрифугалне силе добија се жица која када је довољно брзо хлађена има аморфну структуру. Унутрашњи пречник цилиндра износи од 400 mm – 600 mm, а пречник овако добијених жица је 80 μm – 160 μm . Брзина хлађења легуре износи око 10^5 K/s. Производња ових жица се данас реализује у више истраживачких лабораторија, а једна од њих је у Институту за техничку физику у Румунији [22].

Taylor је 1924. године први увео технику која омогућава производњу финих танких жица униформног попречног пресека [23]. У овом процесу металне компоненте се полажу у стаклену цев која се индукционим грејачем топи. При томе стаклена цев омекшава услед контакта са растопљеним металом и издужује се, а са њом и компоненте унутар ње. Финални производ је метал оклопљен стаклом 2 μm – 50 μm [24].

Обе претходно описане методе омогућавају производњу жице ограничене количином легуре која се може сместити у цилиндрични ротирајући прстен, односно унутар стаклене цеви (спрувете). Унапређење Тејлорове методе је постигнуто намотавањем жице са стакластим омотачем системом ротирајућих ваљака брзином око 5 m/s где брзина хлађења износи 10^4 K/s – 10^6 K/s („Glass-coated melt spinning“) [25].

Производња аморфних трака методом којом се хлади растоп легуре на ротирајућем диску („melt-spinning roller casting“) приказана је на сл. 4).



Сл 4 Приказ методе хлађења растопа на ротирајућем диску: а) скица методе, б) скица формирања траке из растопа, в) трака легуре Fe-Si-B-Nb-Cu са инсертом XRD анализе, г) трака легуре Fe-Si-B са инсертом XRD анализе [26].

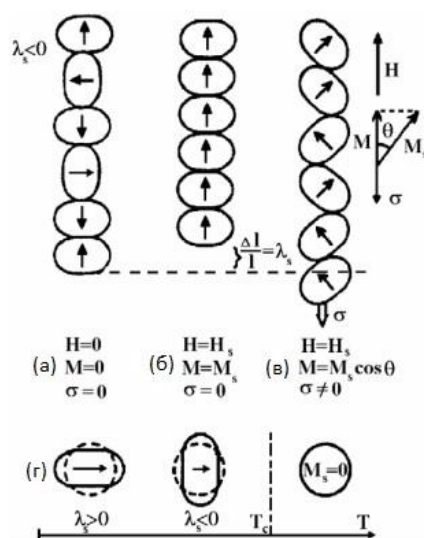
Овом методом је произведена трака која је предмет истраживања у овој дисертацији. У кварцној посуди налази се легура која се индукционим грејачем топи, а потом се под притиском инертног гаса убризгава на бакарни ротирајући диск који одводи температуру и хлади растоп брзином од 10^6 K/s. Сам врх ампуле заравњен са прорезом одређене ширине и дебљине који одређује колико ће бити широка добијена трака. Температура растопљене легуре, брзина ротације диска и притисак истиснуте легуре на њега, такође одређује дебљину добијене траке. Брзина обртања диска у пракси износи 300 о/мин. – 1800 о/мин, а добијене траке су дужине и до 100 m. Овом методом добијања аморфних трака значајно су се бавили научници Чен и Милер, а опширније о овој методи може се прочитати у референцама [10, 15, 20].

2.3. Основна својства аморфних / нанокристалних легура и њихова доменска структура

Поредећи електромагнетна и механичка својства аморфних металних легура са кристалним структурама истог састава уочавају се одређене разлике. Код већине материјала нанокристалне структуре, добијених одгревањем аморфних прекурсора, уочена су побољшања електромагнетних својстава, али и погоршање механичких, те се у зависности од њихове намене и примене, прави компромис између ових својстава. Потпуно аморфна метална легура својствена је по изузетној чврстоћи и еластичности, као и отпорности на кидање и корозију. Истраживањима је установљено да постоји изразита повезаност електричне отпорности са величином релативне деформације и дефектима код ових легура [27 – 29].

Магнетноеластична својства су знатно боља код аморфних материјала, што је повезано са појавом магнетострикције. С тим у вези, услед дејства спољњег магнетног поља материјал издужује (позитивна магнетострикција) или скраћује (негативна магнетострикција), односно сужава или шири. Дакле, магнетострикција је последица померања магнетних домена унутар магнетног поља, где ће облик деформације зависити од облика магнетних домена.

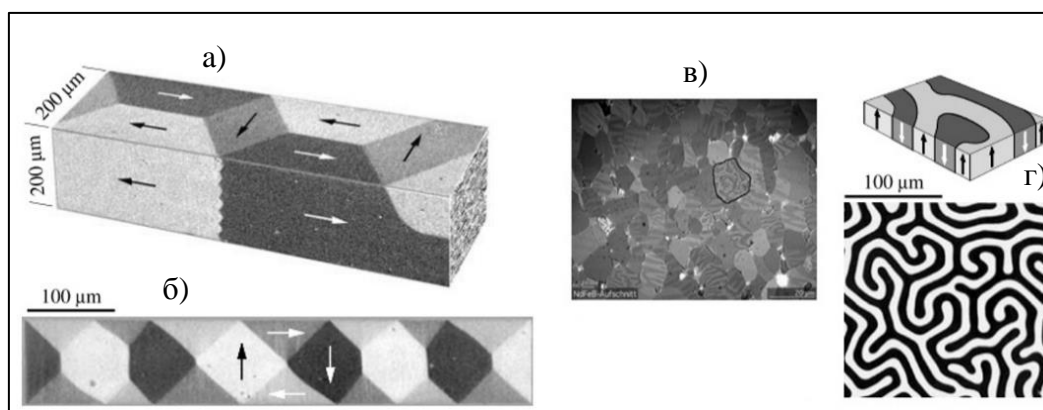
На сл. 5 [27] је приказан механизам промене дужине материјала са негативним коефицијентом магнетострикције ($\lambda_{\text{sat}} < 0$).



Сл. 5 Распоред магнетних домена и њихово померање под утицајем маг. поља \vec{H} и напрезања σ : а) без деловања \vec{H} и σ , б) у магнетном засићењу, без деловања σ , в) при истовременом деловању \vec{H} и σ и г) утицај температуре на деформацију домена [27].

На сл. 5 а) су приказани магнетни домени где је магнетизација оријентисана у правцу уже странице домена. У магнетном засићењу, без механичког напрезања долази до сужавања узорка услед тежње да се магнетни моменти поклопе са смером деловања магнетног поља (сл. 5 б)). Ако на материјал истовремено делује магнетно поље и механичко напрезање (сл. 5 в)), узорак ће се издужити јер се магнетни домени слажу према приказаној слици. На слици сл. 5 г) је приказана деформација магнетног домена у зависности од температуре, где је примећено да је магнетни домен при температури већој од Киријеве кружног облика. При температурама нешто нижим од Киријеве, вектор магнетизације је оријентисан у смеру уже стране домена ($\lambda_{sat} < 0$), односно материјал се скупља, док је при знатно нижим температурама у односу на Киријеву, вектор магнетизације оријентисан у смеру дуже стране домена ($\lambda_{sat} > 0$), тј. материјал се издужује.

Са технолошким развојем, првенствено оптичких уређаја, данас је много лакше објаснити и дефинисати појам магнетних домена, који су почетком прошлог века егзистирали по предложеним теоријама о њиховом постојању. Магнетни домен је област унутар магнетног материјала у коме је вектор \vec{M} јединствен и усмерен у истом смеру. Изглед магнетних домена унутар различитих материјала приказан је на сл. 6. Сваки суседни домен има произвољну усмереност. Сваки кристал има више кристалографских оса од којих само један смер одговара лакој оси магнетизације [30, 31].



Сл. 6 Изглед магнетних домена у различитим материјалима: а) легуре на бази гвожђа (извор: R.J. Celotta, NIST), б) Танак филм (130 nm) NiFe (извор: M. Freitag, Bosch), в) NdFeB магнет, г) домени монокристалног гарнет филма [30].

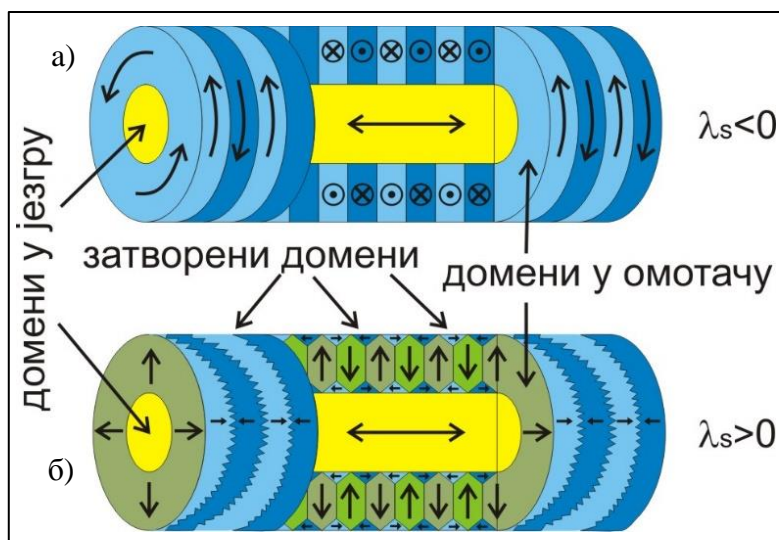
Квантна теорија је појаснила постојање магнетних момената који настају као резултат обраћања електрона око своје осе, а смер магнетног момента зависи од смера спина електрона.

Већина магнетних материјала има домене величине 10^{-4} m, – 10^{-6} m, између којих делују силе које зависе од њихове величине и распореда, као и величине доменских зидова. То резултира акумулирањем енергије магнетног поља која је за домен и доменске зидове пропорционална кубу и квадрату његове величине респективно.

Структура магнетних домена последица је унутрашњих напрезања током поступка добијања производа различитих облика. С тим у вези данас се производе аморфне магнетне структуре релативно малих димензија.

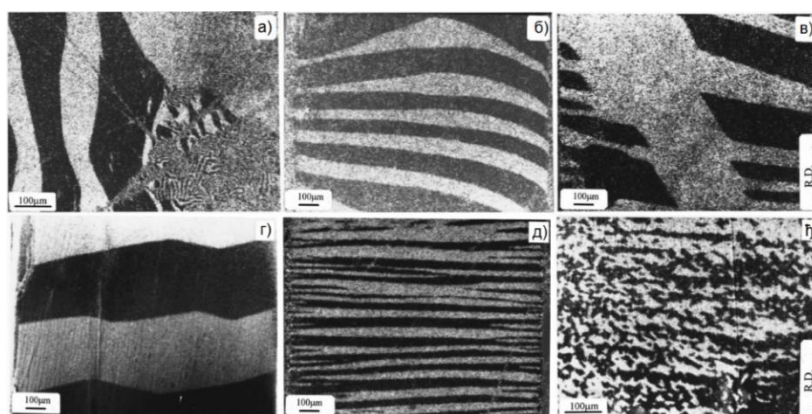
На пример, у зависности од структуре аморфне магнетне жице, формираће се различити облици магнетних домена, у зависности од магнетострикције, која може бити позитивна и негативна (сл. 7) [32].

Код легура са негативним коефицијентом магнетострикције ($\lambda_s < 0$; легуре на бази кобалта), доменска структура се састоји од унутрашњег домена са вектором магнетизације у правцу жице, који је окружен кружним доменима наизменично распоређеним дуж правца жице и називају се домени структуре „бамбуса“ (сл. 7а)). Насупрот њих, постоје легуре са позитивним коефицијентом магнетострикције ($\lambda_s > 0$ – легуре на бази гвожђа), где се доменска структура састоји од језгра које чини око 70% запремине жице дуж којега је лонгитудинално орјентисана лака оса магнетизације [10, 22]. У омотачу жице који је мањег пречника, лака оса је попречног правца на дужину жице, при чему су на самом ободу моменти у домени цик-цак оријентисани, како је приказано на сл. 7 б). Овакви домени нису генерална карактеристика, већ се они формирају при одређеним условима.



Сл. 7 Шематски приказ домена код аморфних жица где је: а) коефицијент магнетострикције мањи од нуле и б) коефицијент магнетострикције већи од нуле [10, 22, 32].

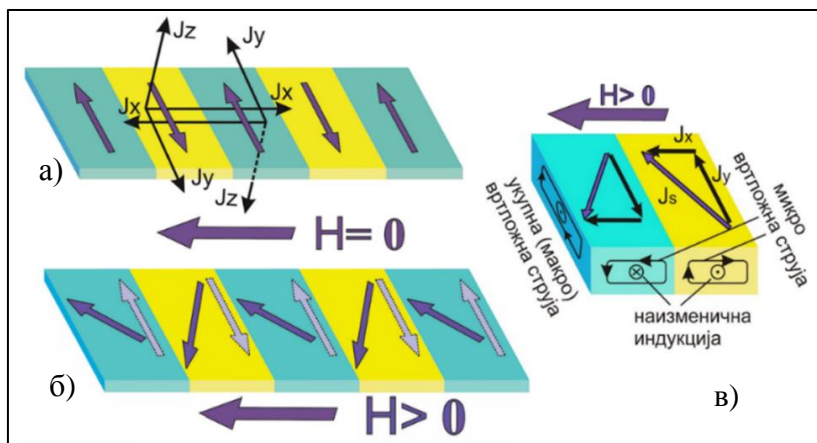
Напрезања приликом добијања аморфних трака разликују се у односу на аморфне жице, стога је распоред и изглед магнетних домена различит. Магнетни домени легуре $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$, снимљени микроскопом са магнетно оптичким Кер (Kerr) ефектом (МОКЕ) приказани су на сл. 8 [33].



Сл. 8 Изглед магнетних домена $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ траке у немагнетном стању: а) полазна легура, б) одгревану на $550\text{ }^\circ\text{C}$ за $t_a=1h$, в) за $t_a=3h$, г) за $t_a=10h$, д) за $t_a=30h$; е) за $t_a=150h$ [33].

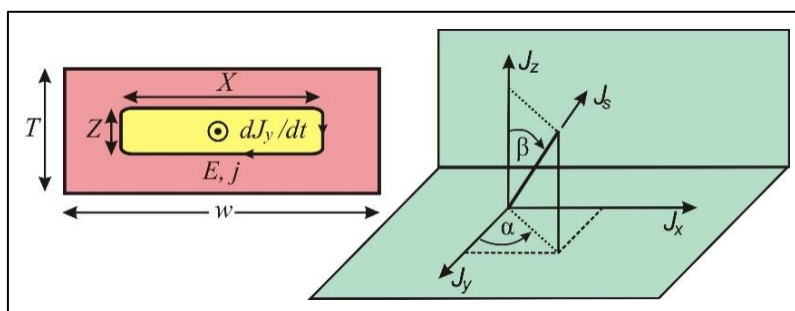
На приказаној слици је видљив тренд промене изгледа и оријентације магнетних домена у зависности од температуре одгревања, које може бити са и без истовременог деловања

магнетног поља. Распоред магнетних домена је у директној вези са анизотропским својством траке и позиционирањем лаке осе магнетизације. Код узорака облика паралелоипеда лака оса магнетизације се након одгревања позиционира под одређеним углом у односу на дужину траке [34]. Најбоља енергијска доменска конфигурација се постиже када се магнетни домени поставе трансверзално (сл. 9). Тада су вектори магнетне поларизације (J) у сваком суседном домену постављени под углом од 180° . На сл. 9 б) приказано је да сваки магнетни домен има три компоненте поларизације оријентисане у три осе (J_x , J_y , J_z) при чему сваки суседни домен има исти правац, али супротан смер оријентације вектора поларизације. Код суседних домена компоненте J_x и J_z се поништавају, тако да остаје да делује само компонента J_y попречне оријентације у трансверзалном правцу (сл. 9 а)).



Сл. 9 Распоред магнетних домена код аморфне легуре у облику траке: а) $H=0$, б) $H>0$ и в) $H>0$ [35, 36].

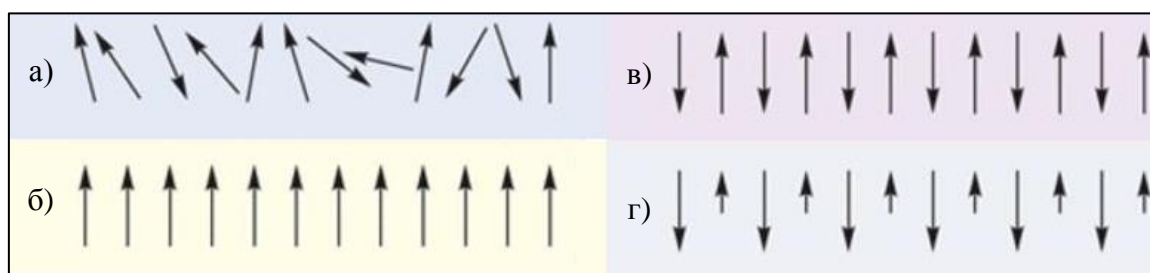
Када магнетно поље делује лонгитудинално на аморфну/нанокристалну траку (дуж x осе), вектори поларизације се закрећу у правцу деловања магнетног поља. Покретљивост домена зависи од њиховог изгледа и ширине доменских зидова. Постоји критична вредност магнетног поља, када не постоји физичка могућност њиховог даљег закретања у правцу поља, што се повезује са магнетним засићењем. Закретање вектора поларизације под дејством магнетног поља дуж аморфне траке шематски је приказано на сл. 9 в), при чему је приказано сабирање вектора поларизације. Компонента вектора поларизације J_y у домену када он није изложен магнетном пољу, сабира се са компонентом J_x коју ствара спољње магнетно поље, а њихов сабирок представља резултанти вектор поларизације J_s . Услед закретања вектора поларизације настају наизменичне вртложне струје (j) чија се контура затвара кроз магнетне домене и налазе се у равни бочних ивица аморфне траке (сл. 10) [35, 36].



Сл. 10 Приказ параметара за прорачун микро вртложних струја у магнетном домену аморфне траке [36].

2.4. Магнетна својства металних легура

Магнетна својства металних легура уско су повезана са механичким и магнетно-еластичним својствима, као и доменском структуром. У зависности од магнетног понашања, разликујемо групе материјала која имају слична магнетна својства (феромагнетна, феримагнетна и антиферимагнетна) [13, 31, 37]. Материјали који немају магнетне домene називају се парамагнетици и дијамагнетици [13, 31]. Они унутар магнетног поља не показују магнетна својства, али се у њима уређују диполи под утицајем електричног поља. По квантној теорији, за магнетна својства су заслужни неупарени електрони у d и f орбиталама прелазних метала, а сходно њиховој оријентацији разликујемо следеће врсте магнетизма: дијамагнетизам, феромагнетизам, феримагнетизам антиферомагнетизам (сл. 11).



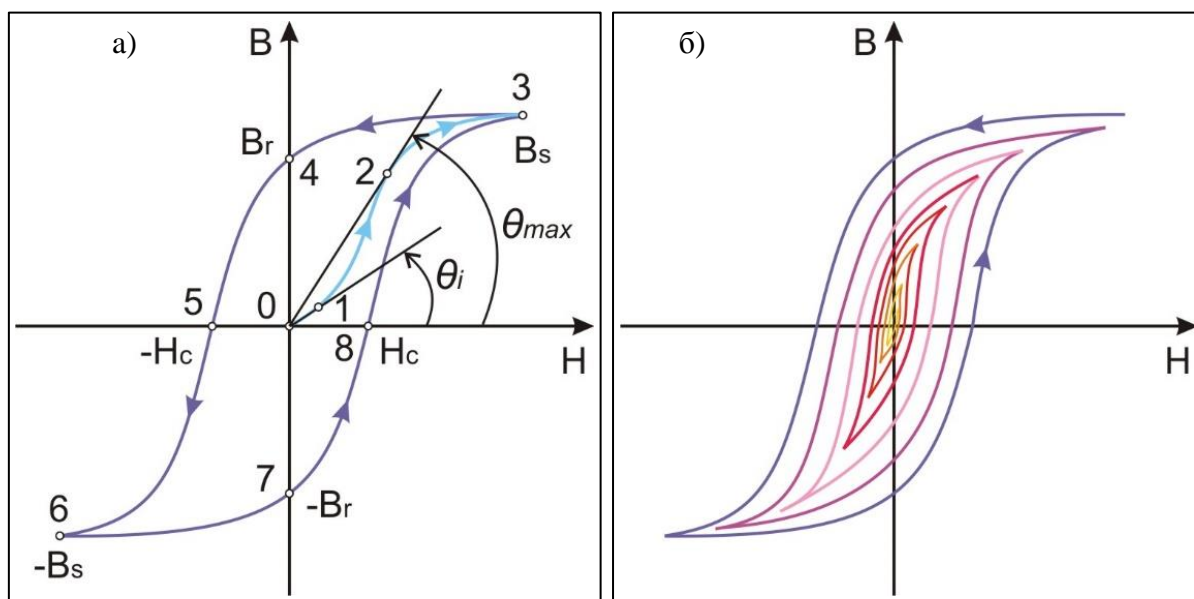
Сл. 11 Врсте магнетизма према усмерености неупарених електрона: а) дијамагнетизам, б) феромагнетизам, в) антиферомагнетизам, г) феримагнетизам [31, 37].

Основна веза између основних физичких величина које карактеришу магнетне појаве дате су изразом $B = \mu_0(H+M)$, где су: B - магнетна индукција, H - магнетно поље M - магнетизација и μ_0 - магнетна пермеабилност вакуума и износи $4\pi \cdot 10^{-7} \text{ N/m}$. У вакууму је $M=0$, стога је у вакууму $B = \mu_0 H$. Магнетна суцептибилност (χ) дефинише се односом M/H и она карактерише магнетни материјал. Веза између магнетне суцептибилности и релативне магнетне пермеабилности је дефинисана релацијом $\chi = \mu_r - 1$, из које добијамо израз за однос магнетне индукције и магнетног поља унутар магнетног материјала као $B = \mu_0 \mu_r H$, где је однос магнетне пермеабилности у материјалу, μ и пермеабилности у вакууму, μ_0 , релативна магнетна пермеабилност: $\mu_r = \mu/\mu_0$ [37]. Управо по овој величини разликујемо магнетно понашање материјала. У вези коришћења једначина за израчунавање магнетних величина, треба водити рачуна о литерарним изворима, јер су применом СИ система наступиле одређене разлике у означавању магнетних величина, а дефинисане су и нове величине. Сагласно са СИ системом мерних јединица, $B = \mu_0(H+M)$, док је претходно по Гаусовом, cgs и етм систему јединица, израз имао облик $B = \mu_0 H + J$, где је J магнетна поларизација, а симбол I , који означава интезитет магнетизације, се често користи уместо J , што је усаглашено са Стандардом за мерење критичних поља суперпроводника [38]. Због насталих промена у описивању магнетних величина и њиховим релацијама, потребно је водити рачуна приликом примене старије мерне опреме, где се нпр. магнетни моменат m изражава у јединици *ети*, насупротив јединице СИ система где је јединица Am^2 .

2.4.1. Магнетна хистерезисна крива

Магнетна индукција B унутар материјала не зависи само од јачине поља H у тренутку мерења, већ и од јачине поља коме је материјал био раније изложен, односно од задржане магнетне индукције услед претходног деловања поља. Дакле, величина магнетизације M

(самим тим и величина индукције B) расте са повећањем јачине поља H по нелинеарној зависности до граничне вредности, од које са даљим порастом поља долази до магнетног zasiћења. Тада се магнетни моменти m у материјалу максимално оријентишу према смеру деловања магнетног поља, што значи да се материјал максимално намагнетисао, а M престаје да расте и има вредност zasiћења, M_s . Са порастом температуре магнетизација опада, а при одређеној вредности падне и до нулте вредности. Ова температура је карактеристична за посматрани материјал и назива се Киријева температура (T_c) и различита је за различите материјале (за Fe износи 1043 K, за Co 1388 K, за Ni 627 K). Функцијском зависности $B = f(H)$ и $M = f(H)$, добијају се криве магнетизације. Када се циклус магнетизације вишеструко понавља, уз промену магнетног поља од $+H_{max}$ до $-H_{max}$ крива магнетизације $B = f(H)$ се циклички понавља, а добијена крива, назива се „магнетна хистерезисна крива“ (магнетни хистерезис) (Сл. 12а)).



Сл. 12 Магнетна хистерезисна крива: а) са обележеним кључним тачкама и б) поступак потпуног размагнетисања магнетног материјала

На сл. 12 а) приказане су карактеристичне тачке магнетне хистерезисне петље и њен смер. Од тачке 0 до 3 је крива првобитног магнетног засићења, која максимум, тј. магнетно засићење достиже у тачки 3, а вредност магнетне индукције у тој тачки се обележава са B_s . Нагиб криве у тачки 1 и у тачки 2 одговара почетној (иницијалној) и максималној магнетној пермеабилности редом. Након смањивања магнетног поља, магнетна индукција благо опада, а у тачки 4, где је вредност поља $H=0$, вредност магнетне индукције задржава одређену вредност која се обележава са B_r и назива се реланентна (престала) магнетна индукција. До ове појаве је дошло јер је један део магнетних момената остао усмерен у смеру претходно делованог поља. У тачки 5, магнетна индукција пада на нулту вредност услед деловања магнетног поља супротне оријентације, које се обележава са H_c и назива се коерцитивно поље или коерцитивна сила. Повећавањем поља у супротној оријентацији долази до магнетног засићења у супротном смеру у тачки 6, одакле се смањивањем поља (у апсолутном смислу) до тачке 7, где је $H=0$ задржава одређена вредност магнетне индукције ($-B_r$), која је по величини идентична вредности B_r у тачки 4. Даљим повећавањем поља у позитивном смеру магнетна индукција пада на нулту вредност при H_c у тачки 8 која је по величини исте вредности као и $-H_c$ у тачки 5, а даљим повећавањем магнетног поља долази до магнетног

засићења. Тада магнетна индукција достиже вредност исту као и у тачки 3. Важно је напоменути да је код магнетно хомогених кристалних материјала на бази гвожђа и других прелазних метала (Co и Ni) хистерезисна петља симетрична, тј. $|H_c| = |-H_c|$ и $|B_r| = |-B_r|$, док у другим случајевима могућа је појава несиметрије, као и инверзног смера криве.

Намагнетисани материјал је могуће у потпуности размагнетисати после више поновљених циклуса магнетизације, при чему се максимално поље у оба смера смањује при сваком наредном циклусу све до нулте вредности (Сл. 12 б)). Након овог поступка крива магнетизације се понаша као и приликом првог магнетисања, тј. креће од тачке 0 до тачке 3 на слици 18а, а потом циклично понавља како је претходно објашњено.

Због изразите нелинеарности односа В и Н, магнетно својство материјала се дефинише магнетном пермеабилности. Магнетна пермеабилност, μ дефинише се као однос В и Н у свакој тачки петље магнетне хистерезисне криве (1).

$$\mu = \frac{B}{H} \quad (1)$$

Диференцијална магнетна пермеабилност се дефинише као однос првог извода В по Н (2) и битна је за дефинисање почетне (иницијалне) и максималне магнетне пермеабилности. Ове две величине се дефинишу графички као нагиб криве у одређеним карактеристичним тачкама криве првобитног магнетнења материјала (сл. 12 а)). У тачки „1“ је нагиб криве почетне (3), а у тачки „2“ нагиб криве максималне (4) магнетне пермеабилности, редом.

$$\mu_d = \frac{dB}{dH}, \quad (2)$$

$$\mu_i = \tan\theta_i, \quad (3)$$

$$\mu_{max} = \tan\theta_{max}. \quad (4)$$

Почетна релативна магнетна пермеабилност је једна од величина којом произвођачи магнетних материјала декларишу магнетне производе и дефинише се као гранична вредност количника магнетне индукције и јачине магнетног поља када он тежи нули (5).

$$\mu_{ri} = \frac{1}{\mu_0} \lim_{H \rightarrow 0} \frac{B}{H}. \quad (5)$$

Такође, постоји и реверзибилна магнетна пермеабилност која се дефинише као количник промене индукције и промене магнетног поља (6). Овом величином се дефинише „мини“ хистерезисна петља која се јавља у било којој тачки хистерезисне петље, где се процес снимања петље паузира, те се вредност магнетног поља смањи за одређену ΔH вредност. У том случају промена ΔB такође није линеарна, и циклички се понавља попут основне хистерезисне криве:

$$\mu_u = \frac{\Delta B}{\Delta H}. \quad (6)$$

Магнетна својства и магнетно понашање магнетног материјала зависи од јачине и смера деловања магнетног поља. С тим у вези, долази се до појма магнетне анизотропије, односно утицаја правца деловања магнетног поља на магнетна својства. Примећено је да ће магнетизација материјала бити различита за различит смер деловања поља у односу на кристалну решетку, при истој јачини поља. Оса при којој је потребна минимална магнетна енергија да материјал уђе у магнетно засићење назива се лака оса

магнетизације, док се оса где је потребна највећа енергија, назива тешка оса магнетизације.

2.4.2. Инверзна магнетна хистерезисна крива (Хистерезис са негативном реманентном магнетизацијом)

У зависности од утицаја демагнетишућег поља на магнетно хетерогену структуру, јавиће се различити облици магнетне хистерезисне криве услед постојања различитих магнетних анизотропија у систему, од којих је једна магнетно тврда и настаје на површини, а друга је магнетно мека и формира се у унутрашњости материјала [39, 40]. При одређеним условима настаје негативна реманентна магнетизација (НРМ), што се у литератури назива и „Инверзна хистерезисна крива“ (ИХК) (*inverted hysteresis loop* „*IHL*“), односно магнетна хистерезисна крива са негативном коерцитивношћу (negative coercivity). Закључци су добијени испитивањем кружног исечка из аморфне траке „METALGLAS 2605SC“ [39]. Арот (*Arrott*) је извео одређене сличности магнетних својстава танких филмова са наночестичним системима, где се бочне површине филма могу апроксимирати са једнодоменским честицама, док сама равна филма са вишедоменским, при чему растојање између честица може бити еквивалентно доменским зидовима [41]. С тим у вези, ИХК је пронађена и у наночестичном хомогеном систему EuS на изузетно ниској температури (од 5К до 25 К). Објашњење феномена дато да атоми површинских честица формирају магнетно тврду, а атоми честица у унутрашњости материјала магнетно меку компоненту [40]. Шаљгуина је испитивањем нанокристалне/аморфне траке $Fe_{81}Nb_7B_{12}$ показала да је коерцитивно поље знатно веће у близини површине (мерено МОКЕ уређајем) у односу на целу запремину легуре (мерено са VSM уређајем) [42]. Такође, добијена су различита магнетна својства у близини површине стране која је била уз диск (мат страна), у односу на слободну страну (сјајна страна), при чему је $H_c^{mat} > H_c^{craj}$. Ефекат је објашњен преко двофазног система различитих анизотропија, где између различитих фаза настаје антиферомагнетна изменска интеракција.

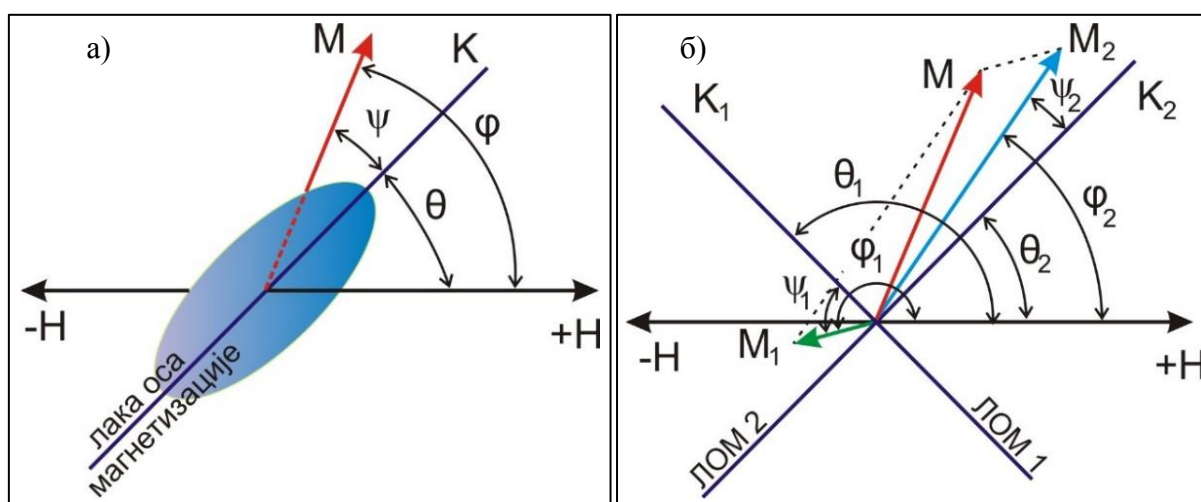
У већини радова где је уочен овај ефекат, објашњење је дато постојањем магнетно меке и магнетно тврде компоненте магнетизације, али без експлицитног објашњења где се формира која компонента, као што је у раду где је ефекат уочен у наночестичном систему кобалта, где су честице кобалта насумично распоређене ласерским зрачењем [43]. Такође, ИХК је уочена код танког филма система $Co_{47.30}Fe_{22.65}Al_{18.34}O_{11.71}$, добијеног RF нагривањем и реактивним спатеровањем при нормалној орјентацији магнетног поља, где је положај лаке осе магнетизације у лонгитудиналном смеру [44]. Из тог разлога јачи је утицај магнетно тврде компоненте за нормалан у односу на лонгитудиналан смер магнетног поља.

ИХК је пронађена и у другим аморфним/нанокристалним структурама у облику микрожица са стакленим омотачем система $Fe_{75}Si_{15}B_{10}$ [45] и танким филмовима: $CoFeSiB$ [46]; $Co_{87}Nb_9Zr_4$; $Co_{72}Fe_4Si_{12}Mo_{0.1}B_{12}$ [47] и YCo_2/YCo_2 (двослојни филм) и $CoNbZr$ (аморфном филм одгреван у магнетном пољу) [48]. Даље, овај ефекат је уочен и код танког спатерованог филмова система Gd-Co [49], а након тога и код нехомогених вишеслојних система (Co-CoO наночестични систем, двослојни филмови: NiFe/TbCo, (La,Sr)MnO₃/LaSrMnO₄, SmCo(Co-Gd) и La_{0.7}Sr_{0.3}MnO₃/SrRuO₃) [50-54], такође и код вишеслојних филмова где су комбиновани магнетно тврди меки слојеви: Mn₃Ir/Co₇₀Fe₃₀/Ru/Co₇₀-Fe₃₀/Mn₇₅Ir₂₅ и Co/Pt/Gd/Pt [55-57], као и код једнодоменских структура са супротним анизотропијама код система Co/Mn/Co-Ga/As [59]. Ова појава је уочена и код танког филма једнофазног феримагнетног система Ru_{0.25}Cr_{0.75}O₂ [59].

магнетно зрнастог филма Ni,Fe/SiO₂ их филмова [60], код Cr₂O₃ обложеним са CrO₂ [61], као и код двофазног композитног филма CoFe/LaCoFeO [62].

Смер хистерезисне криве могуће је уочити статичким снимањем ове појаве различитим техникама: (i) Магнетометар с вибрирајућим узорком (Vibrating Sample Magnetometer), (ii) Суперпроводним квантно интерферентним уређајем за снимање магнетизације (Superconducting Quantum Interference Device – SQUID), (iii) Уређај који користи МОК ефекат (Magneto-optical Kerr Effect), (iv) Наизменичном градијентном силом (Alternating Gradient Force), (v) Холовом сондом (Hall probe imaging) и (vi) Фарадејевом методом (вагом).

Основне теоретске поставке овог ефекта дао је научник *Aron* проучавајући магнетно понашање ултра танких магнетних филмова, а позивајући се на анализу магнетизационих процеса коју су претходно дали научници Стонер и Волфартх („*Stoner - Wohlfarth*“ model) (сл. 13 а)) [40, 63, 64].

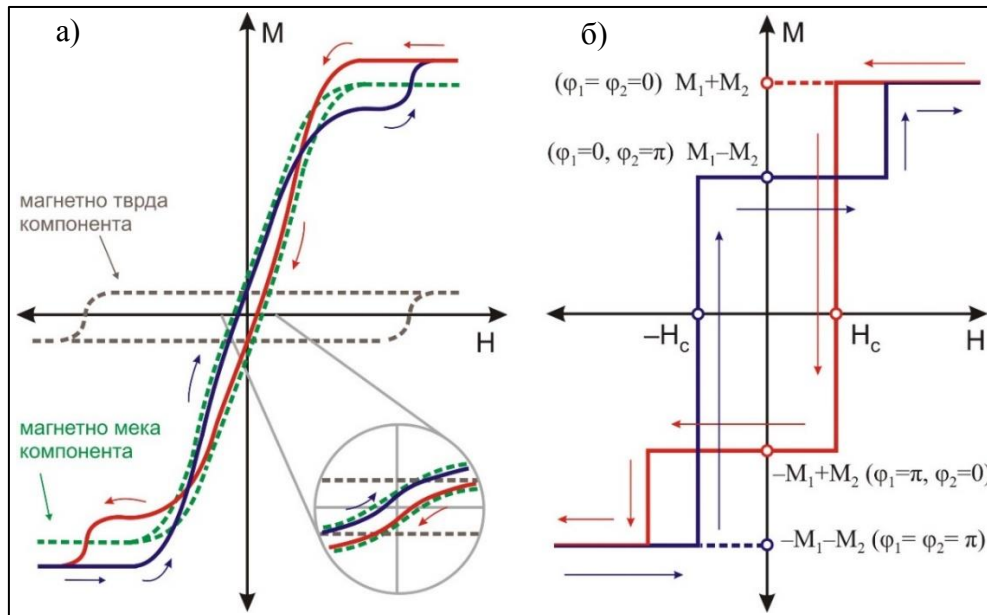


Сл. 13 Приказ односа магнетизације M , магнетног поља H и лаке осе магнетизације по Стонер – Волфартовом моделу за а) једну компоненту магнетизације [64] и б) две компоненте магнетизације.

Кроз каснија истраживања усталила се теорија да ИХК са НРМ настаје у магнетно нехомогеном материјалу где су присутне најмање две магнетне компоненте различитих магнетних анизотропија. Приликом проучавања ове појаве не можемо анизотропију појединих компоненти проучавати засебно већ као збирни ефекат који оне производе у међусобној разменској итеракцији. Према Стонер-Волфартовом моделу, који се односи на једнодоменски феромагнетни материјал, магнетизација се унутар феромагнетног материјала представља вектором магнетизације m , који се закреће у зависности од промене магнетног поља H , (сл. 13 а)). За прорачун магнете енергије полази се од претпоставке да се у феромагнетницима јавља једноосна магнетна анизотропија, са параметром K_u , коефицијентом магнетне анизотропије. Стонер-Волфартов модел за две магнетне компоненте у једноосном систему приказан је на сл. 13 б).

На сл. 14 а) је приказана реална инверзна хистерезисна крива (без првобитне криве магнетизације), која настаје као збир два магнетна хистерезиса (магнетно меки хистерезис приказан је зеленом и магнетно тврди браон бојом). Црвеном бојом је означена падајућа грана хистерезиса, док је плавом означена грана у порасту. На сл. 14а) се уочава и да магнетно тврда компонента има знатно веће коерцитивно поље, H_c и знатно мању M_r и M_s у односу на магнетно меку компоненту. На сл. 14 б) приказана је

идеална инверзна хистерезисна крива, где је магнетно поље поклопљено са лаком осом магнетизације. Тада вектори магнетизације m_1 и m_2 имају оријентацију само 0 и π радијална у односу на смер магнетног поља, тако да се решавањем једначине (12) магнетизације у одређеним тачкама сабирају или одузимају. Из овог разлога изглед идеалне хистерезисне криве је правоугаоног облику [42,57], наспрам идеалног модела, где вектори магнетизације се закрећу по различитим угловима од 0 до π .



Сл. 14 Инвертна хистерезисна петља: а) реалан модел [40] и б) идеалан модел, где је са црвеном бојом обележена грана криве која је у опадању, а са плавом грана криве која је у порасту [42, 57, 65].

По Стонер-Волфартовом моделу (С-В модел), укупну магнетну енергију узорка који се налази у магнетном пољу чине две компоненте: енергија анизотропије (E_A) и енергија коју производи примењено магнетно поље, у литератури позната као Зиманова енергија (E_Z) (Zeeman energy) [65]:

$$E = E_A + E_Z. \quad (7)$$

Ако се посматра енергија анизотропије у једнодоменском магнету запремине V , који има магнетни моменат m , онда је магнетизација тог тела $M = m/V = M_s(\alpha, \beta, \gamma)$, где је M_s магнетизација засићења, а α, β, γ су компоненте јединичног вектора. По С-В моделу, код узорака са једноосном магнетном анизотропијом (uniaxial anisotropy) енергија анизотропије по запремини рачуна се по следећој једначини [30, 64, 65]:

$$E_A = K_u V (1 - \gamma^2) = K_u V \sin^2 \psi, \quad (8)$$

где је V запремина материјала који је изложен деловању магнетног поља, K_u је константа анизотропије и ψ је угао између лаке осе магнетизације и вектора магнетизације унутар материјала ($\psi = \varphi - \theta$). Угао између магнетног поља и лаке осе магнетизације означава се са θ , а угао између магнетног поља и магнетизације са φ . Зиманова енергија, односно енергија спољњег магнетног поља је у ствари потенцијална енергија намагнетисаног тела и рачуна се по формули [30, 40-42, 66]:

$$E_Z = -\mu_0 H \cdot V \cdot M \cos \varphi. \quad (9)$$

где је μ_0 магнетна пермеабилност у вакууму, M локална магнетизација, H јачина спољњег (примењеног) магнетног поља, V запремина материјала који је изложен деловању поља φ угао између магнетног поља и магнетизације.

Дакле, у узорку у коме делују две компоненте магнетизације: магнетно-тврда (конст. анизотропије K_1) и магнетно-мека, (конст. анизотропије K_2) (сл. 14), израз за укупну енергију тог система је [40-42]:

$$E = K_1 V_1 \sin^2 \psi_1 + K_2 V_2 \sin^2 \psi_2 - \mu_0 H V_1 M_1 \cos \varphi_1 - \mu_0 H V_2 M_2 \cos \varphi_2 - J_{12} M_1 M_2 \cos(\varphi_1 - \varphi_2), \quad (10)$$

где су (сл. 14 б):

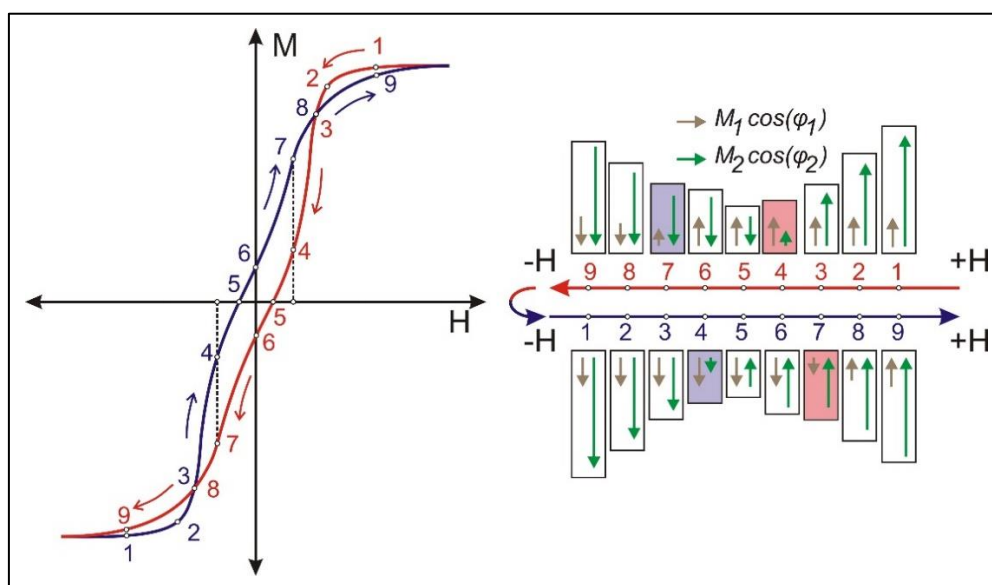
$K_1, \psi_1, \varphi_1, M_1$ и V_1 – компоненте које дефинишу магнетизацију магнетно тврде компоненте, $K_2, \psi_2, \varphi_2, M_2$ и V_2 – компоненте које дефинишу магнетизацију магнетно меке компоненте, H – магнетно поље у коме се налази узорак, J_{12} – константа антиферромагнетне интеракције.

Укупна магнетизација система у узорку се добија по следећем обрасцу:

$$M = M_1 \cos \varphi_1 + M_2 \cos \varphi_2 \quad (11)$$

Ако је познат угао θ , углови φ_1 и φ_2 , могу се одредити из једначине [42, 65]: $\partial E / \partial \varphi_1 = \partial E / \partial \varphi_2 = 0$, јер они зависе од магнетног поља H . На пример, уколико је H поравнато са лаком осом магнетизације, тј. $\theta = 0$, што је својствено за идеалну хистерезисну криву, имамо да је $\varphi_1 = \varphi_2 = n\pi$. Остали параметри могу се одредити из услова: $\partial^2 E / \partial \varphi_1^2 = \partial^2 E / \partial \varphi_2^2 > 0$, где за $\theta = 0$ и $\varphi_1 = \varphi_2$, имамо да је $H_c = \pm 2K/M_s$. Из овог следи да ће се код идеалне инверзне хистерезисне криве (сл. 14 б)), где важи $\varphi_1 = \varphi_2 = n\pi$, M_1 и M_2 сабирају када је петља у засићењу односно када важи услов: $H_c < -2K/M_s$ и $H_c > 2K/M_s$, док ће се магнетизације M_1 и M_2 одузимају када је испуњен услов: $-2K/M_s < H_c < 2K/M_s$.

С обзиром на то да се променом јачине магнетног поља различито ротирају вектори магнетизације M_1 и M_2 , укупна магнетизација ће зависити од њиховог положаја и јачине при одређеној вредности магнетног поља који се рачунају једначинином (11). Наиме, ако је угао у II или III квадранту координатног система, његов косинус је негативан, док је у I и IV квадранту позитиван, што има за последицу да при одређеним вредностима магнетног поља M_1 и M_2 сабирати или одузимати. Ово је шематски приказано на сл. 15, где се може приметити да је код тачака 1, 2, 8 и 9, магнетни хистерезис нормалног смера, док је у интервалу од тачке 3 до 8 хистерезис инверзан.



Сл. 15 Инверзна хистерезисна крива (лево) и вектори магнетизације магнетно тврде и магнетно меке компоненте у тачкама од 1 до 9

Анализом магнетизације при истој вредности поља ($+H_{4,7}$) када је петља у порасту (плава грана петље) у тачки 7 је магнетизација већа у односу на тачку 4 на петљи када је петља у опадању (црвена грана петље), што је супротно у односу на нормалну петљу. У тачки 5, укупна магнетизација је нулте вредности јер је $M_1 \cos(\varphi_1) = -M_2 \cos(\varphi_2)$. Инверзан смер се губи при довољно јаком пољу када се магнетизација магнетно тврде компоненте усмери у смеру деловања магнетног поља, које у том смеру остаје до довољно јаког поља у супротном смеру, при чему је понашање идентично као и приликом претходног циклуса магнећења.

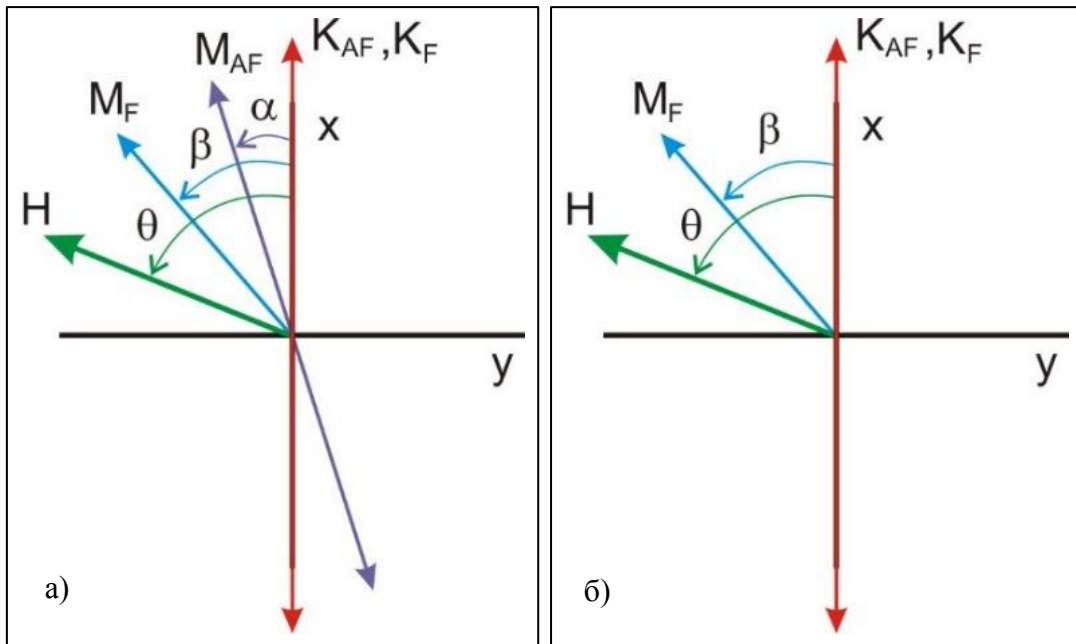
2.4.3. Ефекат помераја хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу (*exchange bias effect*)

У одређеним магнетно хетерогеним структурама може се јавити интеракција између различитих магнетних средина, где долази до ефекта помераја хистерезисне криве у односу на $H=0$ (*exchange bias effect*). Материјали са овим ефектом нашли су примену за израду електротехничких компоненти које се користе за снимање магнетних записа са великом осетљивошћу. Ефекат су открили Мајклџон и Бин (*Meiklejohn and Bean*) 1956. године [66] и назвали су га „Нова магнетна анизотропија“. Они су честице кобалта (Co) омотане кобалт-оксидом (CoO) у магнетном засићењу хладили при $T < T_N$, односно до 77K (за CoO $T_N = 297$ K). У тим условима, парамагнетик CoO прелази у антиферомагнетно стање, тако да је под тим условима наступила антиферомагнетна изменска интеракција између феромагнетног и антиферомагнетног слоја, што је имало за последицу да се хистерезисна крива помери у лево, па се тај ефекат назива негативан ефекат помераја хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу. Касније, 1962. године, Мајклџон је пронашао да се ефекат јавља и у другим комбинацијама магнетних материјала, тј, феримагнетик-антиферомагнетик и феримагнетик-феромагнетик [67]. Позитиван Ефекат помераја хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу пронађен је 1996. године на двослојном систему FeF_2 -Fe [68], а до ефекта долази применом већег магнетног поља на температурама испод Нилове температуре (енг. „cooling field“), а где се и данас позитиван ефекат сматра неуобичајеним појавом. Ефект је уочен и комбиновањем магнетно меке и магнетно тврде компоненте (SFM-HFM), при коришћењу негативног или позитивног магнетног поља на ниским температурама [69].

Овај ефекат су истраживали и детаљно описали и други научници, од којих се издвајају: (i) *Nogues and Schuller* [70], (ii) *Kiwi* [71], (iii) *Berkowitz* [72], (iv) *Stamps* [73] и (v) *Zabel and S. Bader* [74]. Истраживањем нанокристалних и аморфних система Co-Fe-Si-B у облику танких филмова [46], установљено је да се при концентрацији кобалта (Co) испод 75(at) % добијају магнетно меки системи са негативном реманентном магнетизацијом (НРМ), док је за концентрацију изнад те вредности реманентна магнетизација позитивна (ПРМ), што је условљено узајамним деловањем компоненти материјала (феромагнет-антиферомагнет).

Укупну енергија по реалном моделу Мајклџона и Бина (М-Б), чини Зиманова енергија која има утицај само на феромагнетни део, док енергија анизотропије има утицај на оба дела. Код идеалног модела, АФ део нема анизотропско понашање, тако да обе компоненте енергије (E_Z и E_A) имају утицај само на феромагнетну компоненту.

Векторски положаји магнетног поља, лака оса магнетизације, коефицијенти анизотропије по моделу М-Б, приказани су на сл. 16.



Сл. 16 Векторски приказ односа магнетног поља, вектора магнетизације и анизотропије по Мајклџон и Бин моделу: а) – реалан модел и б) идеалан модел [73]

Енергија у реалном моделу рачуна се по следећој формули [65, 74]:

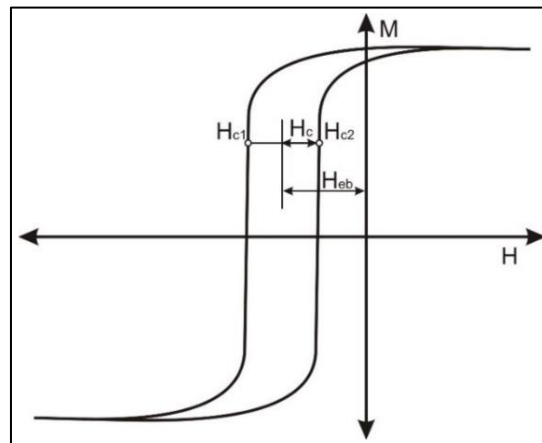
$$E_A = -\mu_0 H M_F t_F \cos(\theta - \beta) + K_F t_F \sin^2(\beta) + K_{AF} t_{AF} \sin^2(\alpha) - J_{eb} \cos(\beta - \alpha), \quad (12)$$

док се енергија по идеалном моделу М-Б рачуна по следећој формули:

$$E_A = -\mu_0 H M_F t_F \cos(-\beta) + K_F t_F \sin^2(\beta) - J_{eb} \cos(\beta), \quad (13)$$

где је: M_F - магнетизација феромагнетне компоненте, K_F и K_{AF} - коефицијенти анизотропије феромагнетне и антиферомагнетне компоненте, t_F и t_{AF} - су дебљине феромагнетне и антиферомагнетне компоненте, J_{eb} - изменска енергија између Φ и $A\Phi$.

Дакле, по моделу М-Б, до узајамног деловања $\Phi - A\Phi$, долази при $T < T_N$, када $A\Phi$ компонета прелази из парамагнетног у антиферомагнетно стање, где услед изменске интеракције Φ и $A\Phi$ слоја настаје померање криве магнетног хистерезиса у односу на $H=0$ осу. С тим у вези, уведен је појам магнетног поља изменске интеракције (H_{eb}) и коерцитивно поље H_c које се изводи из две компоненте коерцитивног поља (H_{c1} и H_{c2}) (сл. 17).



Сл. 17 Приказ ефекта помераја магнетне хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу, са обележеним кључним тачкама H_c , H_{c1} , H_{c2} , H_{eb} [64].

Коерцитивно поље H_c и поље изменске интеракције H_{eb} рачунају се по следећим формулама [65, 74]:

$$H_c = \frac{|-H_{c1} + H_{c2}|}{2}, \quad H_{eb} = \frac{H_{c1} + H_{c2}}{2}, \quad (14)$$

2.4.4. Магнетно-импедансни ефекат (МИ ефекат)

Код једне групе феромагнетних аморфних/нанокристалних легура, уочен је утицај магнетног поља на електрична својства. Карактерисањем промене електричних величина у односу на магнетно поље, могуће је дизајнирати сензоре магнетног поља или других физичких величина које се мењају у зависности од промене магнетног поља. Два ефекта где је ова појава изражена су: (i) Магнетно-отпорни (резистивни) (МР) ефекат и (ii) Магнетно-импедансни (МИ) ефекат. Ефекти се изражавају у процентима, а када су они изузетно високи, добијају префикс „гигантски“, тј.: ГМР и ГМИ. Данас су развијени сензори магнетног поља на бази ова два ефекта, где се осетљивост МИ односа рачуна једначином:

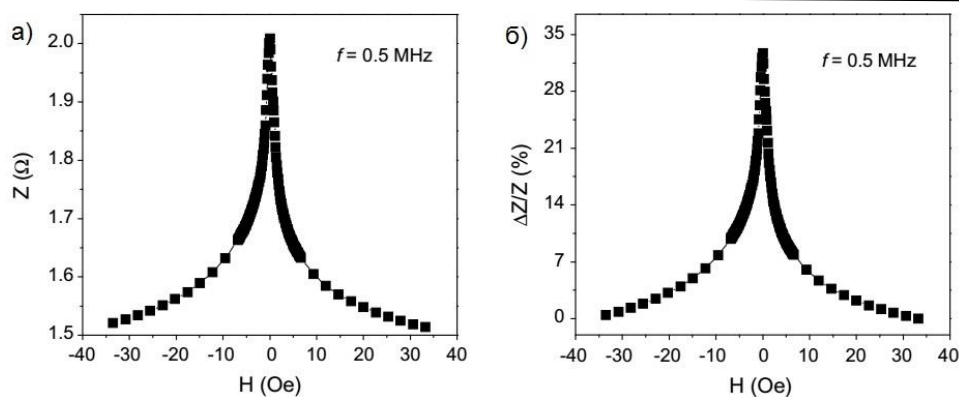
$$\xi = 2\Delta/\Delta H, \quad (15)$$

где је: Δ – максимум МИ односа, ΔH - пуна ширина пика МИ односа на половини максимума (енг. „full width at half maximum“ – FWHM) [10,75,81].

Осетљивост ГМР сензора износи око 0,0125 %/(A/m), а ГМИ сензора преко 1,6 %/(A/m) [10]. Поред наведених ефеката, за мониторинг магнетног поља користе се и: (i) индукциони, магнетно-оптички сензори, (ii) Холови сензори, (iii) флуксгејт сензори, (iv) суперпроводни квантни интерферентни уређај (SQUID – „superconducting quantum interference device“) као и (v) резонантни магнетометри и други [76].

Утицај екстерног DC магнетног поља на промену импедансе феромагнетног узорка (магнетоимпедансног (МИ) елемента) назива се МИ-ефекат. Откривен је почетком задње декаде двадесетог века, а данас је нашао примену код сензора магнетног поља са великом осетљивошћу [5]. За објашњење МИ ефекта потребно је анализирати доменску структуру материјала код којих се ефекат изучава. Код суседних домена вектори магнетне поларизације J су супротне оријентације услед достизања најповољнијег енергетског стања, како је приказано на сл. 9 и сл. 10 у поглављу 2.3. у делу где су описани магнетни домени.

Познато је да се у проводнику кроз који тече наизменична струја јавља отпорност у облику импедансе која има реалну и комплексну компоненту, што је својствено и за феромагнетни материјал. Услед скин ефекта, проводни електрони се групишу на ободу материјала услед константне промене смера струје, што има за последицу да импеданса зависи од фреквенције струје. Када се магнетни материјал кроз који протиче наизменична струја, у исто време постави у *dc* магнетно поље, у њему ће доћи до закретања магнетних домена у смеру магнетног поља, који су претходно били трансверзално оријентисани, што ће имати додатни утицај на промену импедансе. Кроз експерименте је показано да импеданса феромагнетног материјала опада са порастом магнетног поља (сл. 18 а)), али на МИ ефекат имају утицај и магнетно поље и фреквенција струје која пролази кроз узорак, тако да постоје одређене вредности ових параметара када је ефекат максималан. При нижим фреквенцијама, МИ однос је максималан за $H=0$ (сл. 18 б)), док се при вишим фреквенцијама магнетно поље за које је МИ однос максималан повећава са порастом фреквенције [11, 77].

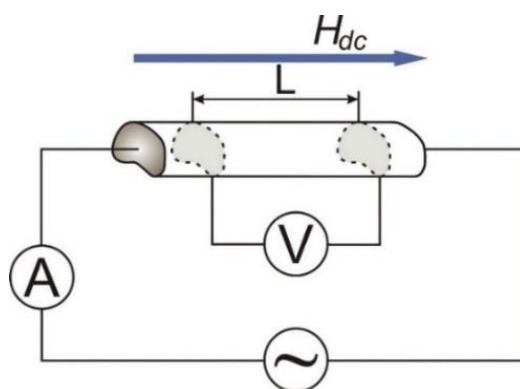


Сл. 18 Утицај dc спољњег магнетног поља (H) на импедансу нанокристалне легуре $Fe_{71}Al_2Si_{14}B_{8.5}Cu_1Nb_3$ [10]: а) промена импедансе $Z(\Omega)$ и б) промена МИ односа - $[\Delta Z/Z(\%)]$.

МИ однос се најчешће рачуна по следећој једначини:

$$\Delta Z/Z(\%) = 100\% \cdot \frac{Z(H) - Z(H_{max})}{Z(H_{max})}, \quad (16)$$

где је $Z(H_{max})$ импеданса при максималној вредности спољашњег магнетног поља које делује на узорак. У зависности од материјала, може се и јавити утицај реманентне магнетизације на импедансу за $H = 0$, која се поништава са порастом поља, што има за последицу појаву несиметрије дијаграма МИ ефекта за различите смерове деловања магнетног поља (за смер $-H$ и $+H$). Дакле, ако импедансу изразимо у комплексном облику $\underline{Z}(\omega) = R + jX$, где су R и X реална и комплексна компонента отпорности редом, њену вредност можемо добити односом V_{ac}/I_{ac} . Вредност I_{ac} је амплитуда струје синусоидалног облика $I = I_{ac} \sin(\omega t)$, а V_{ac} је напон који се мери на крајевима узорка кроз који протиче I_{ac} струја (сл. 19).



Сл. 19 Одређивање импедансе узорка мерењем напона и струје

Израз V_{ac}/I_{ac} важи само за линеарни сегмент понашања импедансе феромагнетних материја, те је ограничене примене. Услед нелинеарности односа, за израчунавање МИ односа феромагнетних материја дужине L и попречног пресека q користи се линеарна апроксимација [7, 9,10, 78]:

$$Z = \frac{V_{ac}}{I_{ac}} = \frac{LE_z(S)}{q \langle j_z \rangle_q} = R_{dc} \frac{j_z(S)}{\langle j_z \rangle_q}, \quad (17)$$

где су E_z и $j_z(S)$ лонгитудиналне компоненте електричног поља и густине струје, редом, R_{dc} радна отпорност узорка по површини, а $\langle j_z \rangle_q$ средња вредност струјне компоненте

кроз попречни пресек q . Импеданса у феромагнетном материјалу на који делује магнетно поље, може се израчунати применом Макселових једначина и Ландеу - Лифшиц (*Landau-Lifshitz*) једначине кретања вектора магнетизације [7, 9,10, 78]. Коришћењем релација $B = \mu H$ и Максвелове једначине, МИ однос се за цилиндричан проводник може израчунати формулом:

$$\frac{Z}{R_{DC}} = kR \frac{J_0(kR)}{2J_1(kR)}, \quad (18)$$

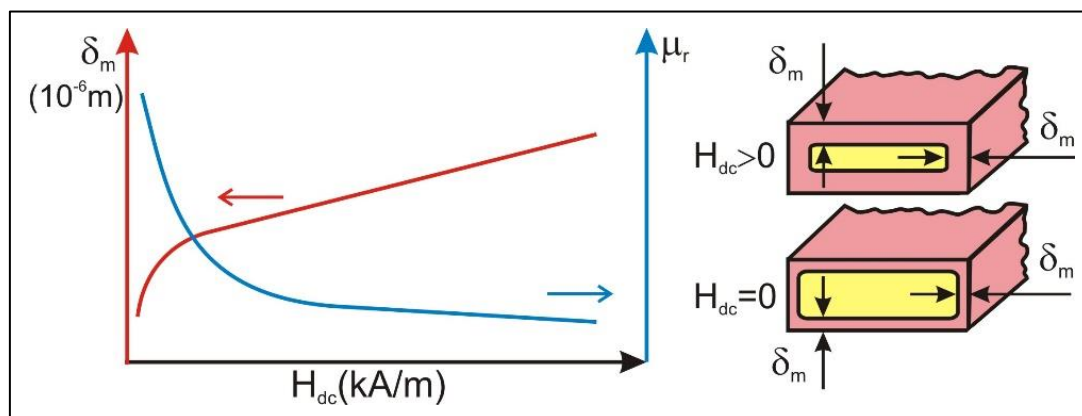
где су J_0 и J_1 Беселове функције првог реда [7, 9, 76], а за узорке у облику танког филма и траке:

$$\frac{Z}{R_{DC}} = k \frac{t}{2} \cot(k \frac{t}{2}), \quad (19)$$

где је t дебљина траке, односно филма. Константа пропагације, k добија се једначином $k = (1 + i)/\delta_m$, где је δ_m дебљина продирања код класичног скин ефекта и добија се изразом:

$$\delta_m = \sqrt{\frac{\rho}{\pi \cdot \mu \cdot f}}, \quad (20)$$

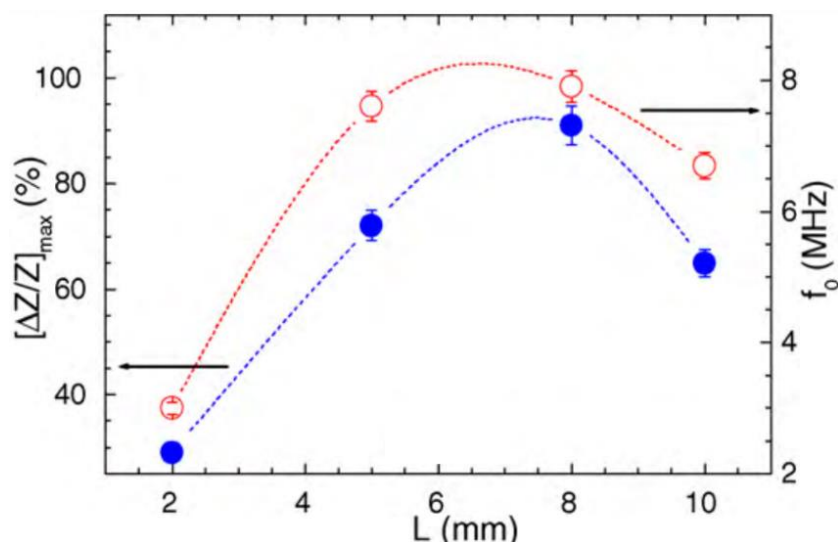
где је: ρ - специфична електрична отпорност, μ - магнетна пермеабилност, f - фреквенција. Из једначине (20), показано је да на импедансу утиче скин ефекат, који се описује дебљином продирања, која расте са повећањем магнетног поља (услед опадања магнетне пермеабилности), а опада са повећањем фреквенције (сл. 20). Услед наизменичне струје, у узорку се јављају вртложне струје, где долази до груписања наелектрисања које преноси електричну енергију на рубне делове проводника.



Сл. 20 Промена дубине продирања и релативне магнетне пермеабилности у зависности од H_{dc} магнетног поља [79]

2.4.4.1. Утицај димензија траке на МИ ефекат

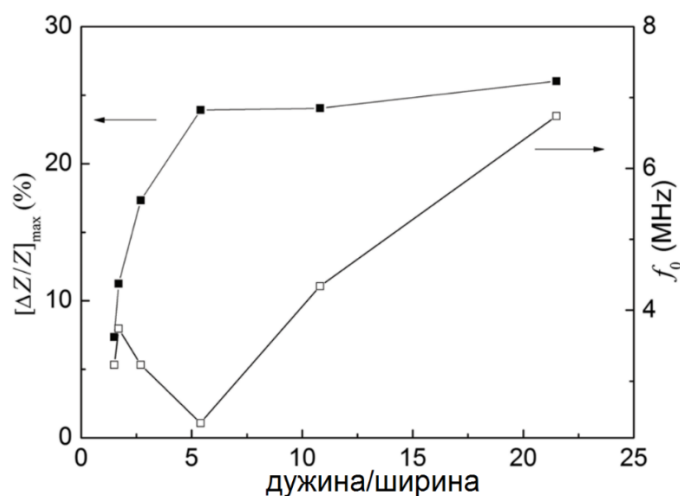
У досадашњим истраживањима установљено је да поред магнетног поља и фреквенције, на МИ ефекат утиче геометрија траке, као и њена површинска хрававост. Код траке система $Co_{69}Fe_{4.5}Ni_{1.5}Si_{10}B_{15}$, ширине 1mm и дебљине 16 μm , установљено је да је за њену дужину од 8 mm постигнут најбољи МИ однос [80]. Том приликом испитиване су дужине од 2 до 10 mm (сл.21). На истој слици приказане су максималне вредности МИ односа при критичним фреквенцијама (f_0) који је такође највећи за узорак дужине од 8 mm.



Сл. 21 Утицај дужине траке на максималну вредност МИ односа и фреквенције f_0 на којој је добијен максималан МИ однос [80]

Испитиван је и утицај дужине траке $\text{Fe}_{84}\text{Zr}_{2,08}\text{Nb}_{1,92}\text{Cu}_1\text{V}_{11}$ на МИ ефекат. Трака је била ширине 2 mm, дебљине око 20 μm и иста је одгревана температуром на 998 K у трајању од 20 min, а испитиване су дужине траке од 10 до 60 mm. Испитивањем је установљено да је трака дужине 10 mm имала најбољи МИ однос [81].

Код траке састава $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{Si}_{11}\text{V}_4$ испитиван је утицај промене ширине траке при константној дужини од 43 mm и дебљини од 30 μm (сл. 22).

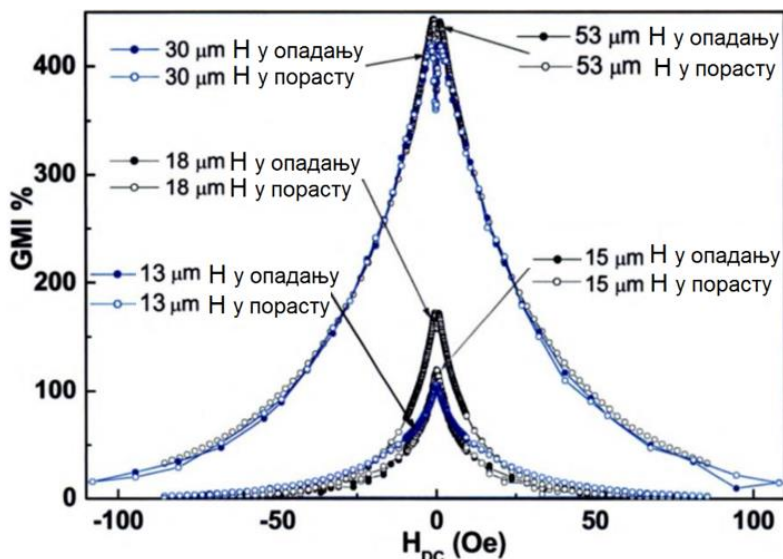


Сл. 22 Утицај односа дужина/ширина траке $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{Si}_{11}\text{V}_4$ и фреквенције f_0 на којој је добијен максималан МИ однос за различите ширине узорка [82]

Однос дужина/ширина (Д/Ш) је мењана од 21,5 до 1,5 (од 2mm до 25,2mm). Највећи МИ однос је постигнут при ширини траке од 2 mm, мада је нагли пораст максималне вредности МИ односа забележен при ширини траке од 8 mm. На истој слици је приказана и критична фреквенција на којој је МИ однос максималан (f_0) за однос Д/Ш, где је установљено да је при односу Д/Ш=5,4 (ширина 8 mm) f_0 најмања [82].

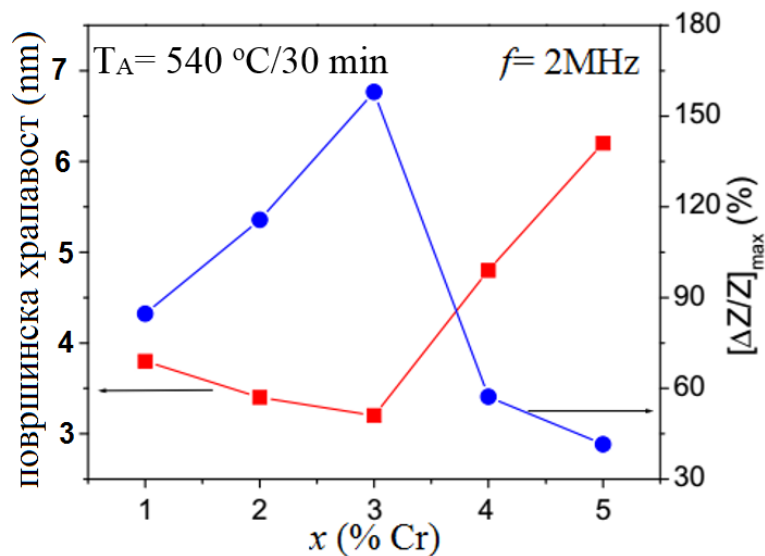
Дакле, из претходно написаног, јасно се види да геометрија траке изузетно утиче на МИ однос. Наиме промена дебљина траке утиче на промену скин ефекта, што је показано испитивањем траке $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{15}\text{V}_{12}$ са дебљинама: од 53 μm , 18 μm , 15 μm и 13 μm (за I=

35 mA и $f=5\text{MHz}$) [83]. Експериментално је установљено да се смањењем дебљине траке, смањује и МИ однос, који је највећи за дебљину траке од 53 μm (сл. 23) [83].



Сл. 23 Утицај дебљине траке $Co_{69}Fe_4Si_{15}B_{12}$ на МИ однос за $f=5\text{MHz}$ и $I=25\text{mA}$ [83]

Снимањем површинске хрпавости нанокристалне траке $Fe_{73.5-x}Cr_xSi_{13.5}B_9Nb_3Au_1$ ($x = 1-5$) показано је да различите концентрације Cr узрокују различиту хрпавост површине, а тиме и МИ ефекат који је најизраженији код најмање хрпавог узорка [84] (сл. 24).



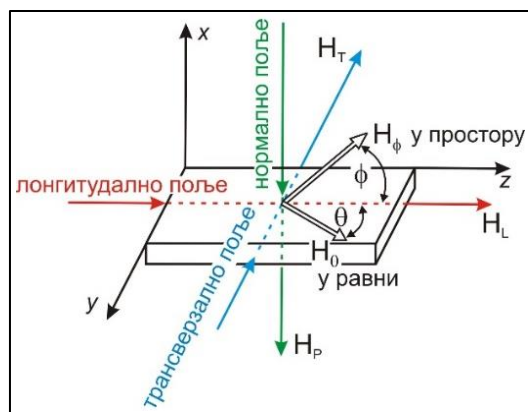
Сл. 24 Зависност максималног МИ ефекта површинске хрпавости нанокристалне легуре $Fe_{73.5-x}Cr_xSi_{13.5}B_9Nb_3Au_1$ за Cr ($x = 1-5$) на $f=2\text{MHz}$ [84].

Скин ефекат, заправо карактерише дубина продирања, тј. зона кроз коју се крећу носиоци наелектрисања, тако да површинска хрпавост материјала кроз који тече наизменична струја има утицај на електрична и магнетна својства [13, 84]. У одређеним случајевима где је дубина продирања изразито мала (при вишим фреквенцијама), она може бити и мања од величине неравнине површине (удубљења и испупчења). Поред тога око испупчења се јављају и додатна магнетна поља која умањују МИ ефекат. Утицај површине најизраженији је код тракастих узорака, где је уочено да се смањењем хрпавости заправо побољшава МИ однос. Ово се може постићи механичким полирањем или хемијским нагризањем материјала (обично у растварачу КОН) [84].

Овим третманима, у већој или мањој мери долази до смањења дебљине траке, што даље утиче на промену њене геометрије и од додатног је утицаја на МИ однос.

2.4.4.2. Утицај положаја траке у магнетном пољу на МИ ефекат

Вектор магнетног поља који делује на узорак може се раставити на паралелну, трансверзалну и нормалну компоненту (сл. 25). Установљено је да оријентација магнетног поља битно утиче на МИ ефекат [85,86]. Већина истраживања рађена су за лонгитудиналну оријентацију магнетног поља у односу на узорак, а добијена импеданса се назива „лонгитудинална магнето-импеданса“ (ЛМИ) [85].



Сл. 25 Приказ праваца деловања магнетног поља у односу на траку [85].

У зависности од оријентације осе лаке магнетизације, код ЛМИ у аморфним и нанокристалним тракама може се јавити један максимум, ако је оса лаке магнетизације паралелна са дужином узорка (смер протицања струје) или два максимума, ако је оса лаке магнетизације нормална у односу на узорак [85]. Мање истраживања је рађено са попречном (трансверзалном) [87-89] и нормалном (перпендикуларном) [88-90] оријентацијом поља у односу на траку, где се добијена импеданса назива „трансверзална магнето-импеданса“ (ТМИ), односно „нормална (перпендикуларна) магнето-импеданса“ (НМИ), редом. Легура $\text{Co}_{70,4}\text{Fe}_{4,6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ облика траке, која је претходно одгејана у трансверзалном магнетном пољу, испитивана је у лонгитудиналном положају у односу на магнетно поље. Установљено је да при фреквенцијама од 1MHz практично нема осцилација доменских зидова [91], што омогућава боље разумевање МИ ефекта на фреквенцијама изнад 1MHz. Магнитуда МИ ефекта изразито је велика код једнослојних филмова, односно трака, (веће дужине) ако унутрашње dc поље H_0 задовољава услове феромагнетне резонанце (ФМР) и рачуна се преко *Максвелове и Ландеу-Лифшиц* једначине, тако да израз за израчунавање добија облик [85]:

$$H_0 \cos \theta \approx H_K \cos 2(\theta + \psi) + \frac{1}{M_s} \left(\frac{\omega}{\gamma} \right)^2, \quad (21)$$

где је H_K поље анизотропије, M_s је магнетизација засићења, ω угаона фреквенција струје која тече кроз узорак, γ је фактор спектроскопског раздвајања, ψ је угао између H_0 и тешке осе магнетне анизотропије. Угао при коме се достиже равнотежа обележен је са θ . То је угао између унутрашњег поља и dc магнетизационог вектора и рачуна из једначине [85]:

$$2H_0 \sin \theta = H_K \sin 2(\theta + \psi). \quad (22)$$

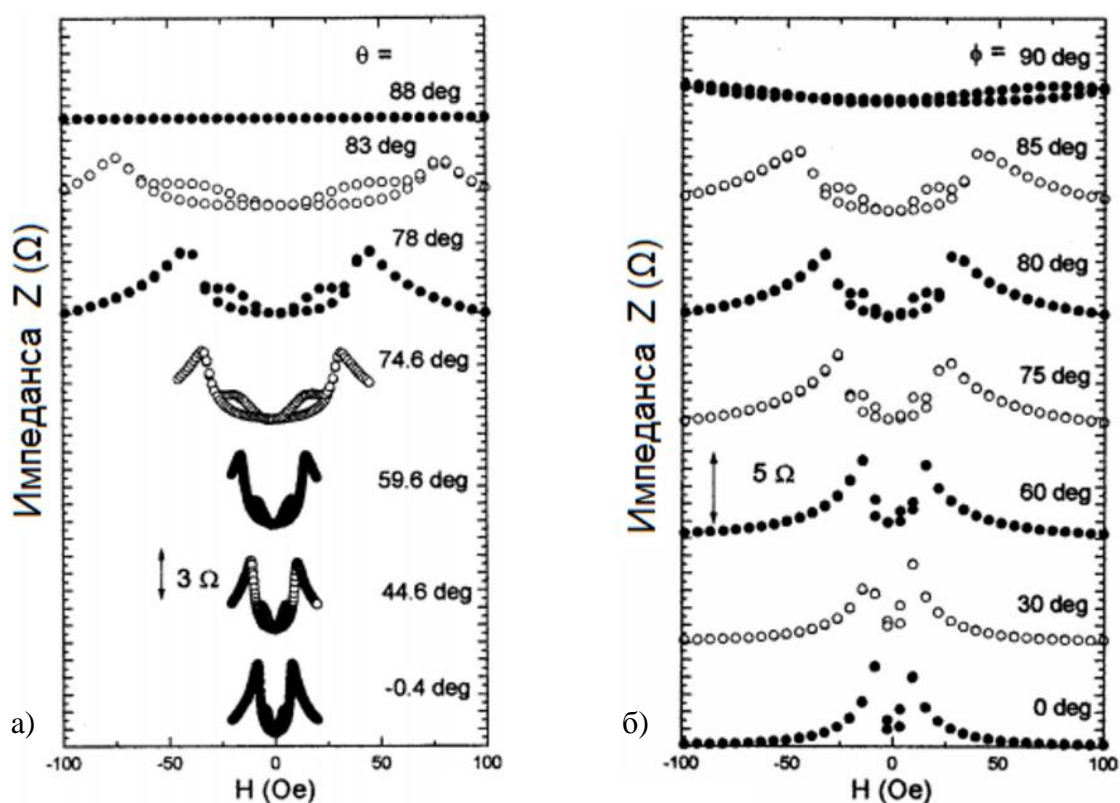
Код струја са малом фреквенцијом, имамо да је:

$$(\omega/\gamma)^2 \ll M_s H_k, \quad (23)$$

а резонантно стање се може испунити само ако је $\psi = 0$ и $H_0 \approx H_k$. Ако је $H_0 \neq H_k$ и ако магнитуда H_0 одступа од тешке осе магнетне анизотропије, вредност импедансе нагло опада. Ако се узорак поставља у хомогено примењено магнетно поље које није паралелно са узорком, мора се узети у обзир демагнетишуће поље H_d које се јавља на ивицама узорка где је:

$$H_0 = H + H_d. \quad (24)$$

Краус је кроз истраживања на аморфној легури $(Fe_{0.053}Co_{0.947})_{70}Si_{12}B_{18}$ ширине 0.8 mm и дебљине 22 μm , показао да сензор магнетног поља на бази МИ ефекта може користити у различитим позицијама у односу на спољње магнетно поље што је предност у односу на нпр. Холов сензор где је услов да је сензор постављен нормално у односу на смер магнетног поља. Резултати мерења утицаја различите усмерености спољњег магнетног поља у односу на узорак приказано је на сл. 26 где се положај мења у хоризонталној (сл. 26 а) и вертикалној (сл. 26 б)) равни [85].



Сл. 26 Утицај усмерености спољњег магнетног поља на импедансу аморфне траке $(Fe_{0.053}Co_{0.947})_{70}Si_{12}B_{18}$ при промени правца поља у: а) хоризонталној и б) вертикалној равни [85]

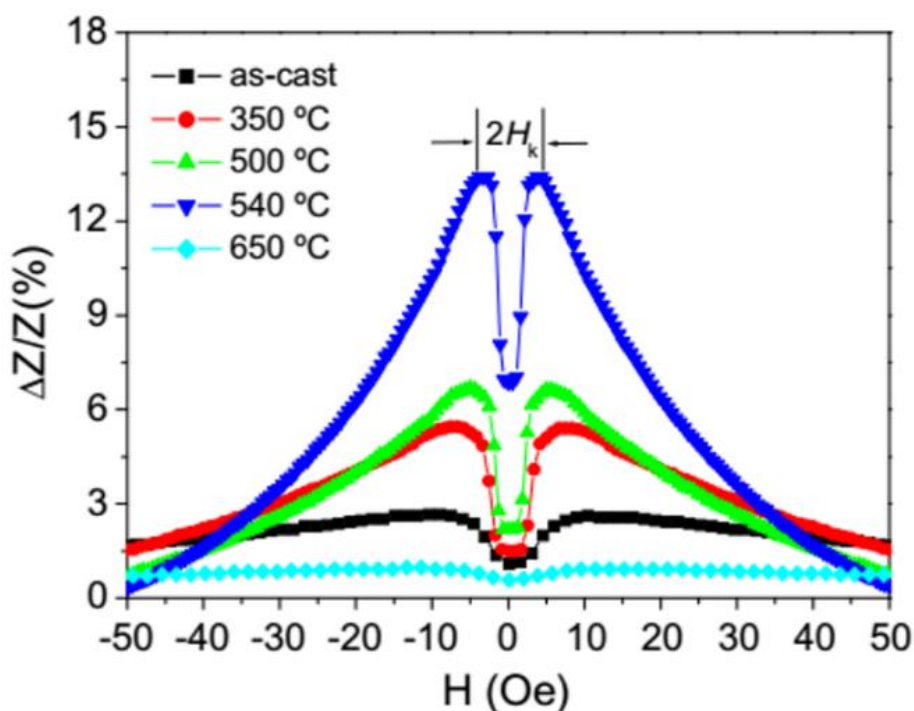
И Курљандскаја (*Kurlyandskaya*) је вршила истраживање на тракама састава $Fe_3Co_{67}Cr_3Si_{15}B_{12}$ и при томе је мерен МИ ефекат за различите дужине и положај траке у интервалу од 0° до 90° у односу на спољње магнетно поље у хоризонталној равни [86]. Истраживања су показала да се МИ однос не мења при померању узорка до 30° , док при већим угловима нагло опада, тако да се овај угао може сматрати за „критичан угао“.

2.4.4.3. Утицај одгревања на МИ ефекат

МИ однос се може побољшати термичким третманима у заштићеној атмосфери и у различитим временским интервалима. С тим у вези, постоје и различите методе одгревања или њихова комбинација, где оно може бити са или без деловања магнетног поља одређене усмерености. Постоји више метода одгревања узорка, од којих издвајамо [10]: (i) конвенцијално одгревање без деловања магнетног поља (у класичним пећима), (ii) комбиновано конвенцијално одгревање (где узорак може бити додатно изложен дејству магнетног поља или механичком напрезању), (iii) одгревање *dc* или *ac* струјом, што се може комбиновати са додатним напрезањима, (iv) као и ласерско одгревање.

A) Одгревање у пећи (конвенцијално одгревање)

Конвенционалним одгревањем, узорак се излаже контролисаном топлотном дејству, где се контролише вредност температуре одгревања у одговарајућем трајању као и брзина загревања и хлађења. Одгревање се одвија у специјализованим пећима, у вакууму или заштићеној атмосфери племенитог гаса ради избегавања оксидације. Примећено је да услед структурних промена индукованих одгревањем долази до промене вредности МИ односа [92]. Ова температура варира за различите системе. На пример, за траку $Fe_{73.5}Si_{13.5}V_9Cu_1Nb$, ширине 4 mm и дебљине 20 μm , при температури одгревања од 813 K добија се највеће побољшање МИ односа (сл. 27). Генерално, одгревањем трака на бази Fe, МИ однос се повећава [92- 98], што се објашњава већим утицајем магнетне пермеабилности. При одређеним температурама одгревања већи је утицај параметара који смањују ефекат, тако да се експерименталним путем утврђује оптимална температура и њено трајање.



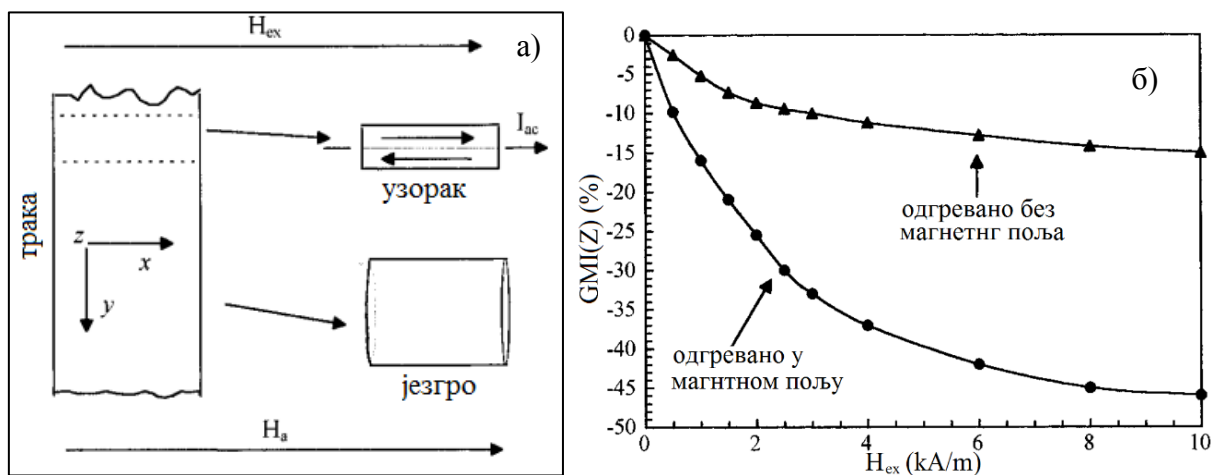
Сл. 27 МИ ефекат неодгрване легуре $Fe_{73.5}Si_{13.5}V_9Cu_1Nb$ и одгрване различитим температурама за $f=10$ MHz [92].

Утицај конвенционалног одгревања на аморфне траке на бази Со је супротан, јер се одгревањем мења само трансверзална анизотропија, што има за последицу смањење МИ ефекта [99].

Наиме, новија истраживања су показала одређена побољшања МИ односа и код аморфних трака и жица на бази кобалта, након краткотрајног одгревања и релативно ниже температуре одгревања (око 300 °С) [100, 101]. Наизменична струја мерног уређаја која при мерењу ефекта пролази кроз узорак има додатан утицај на његово загревање, а сам тим и на вредност МИ односа.

Б) Одгревање у пећи са утицајем магнетног поља

Одгревањем узорака у класичним пећима уз истовремено деловање dc магнетног поља одређене оријентације, уочено је побољшање МИ ефекта у односу на претходно описану методу [102-105] (сл. 28).



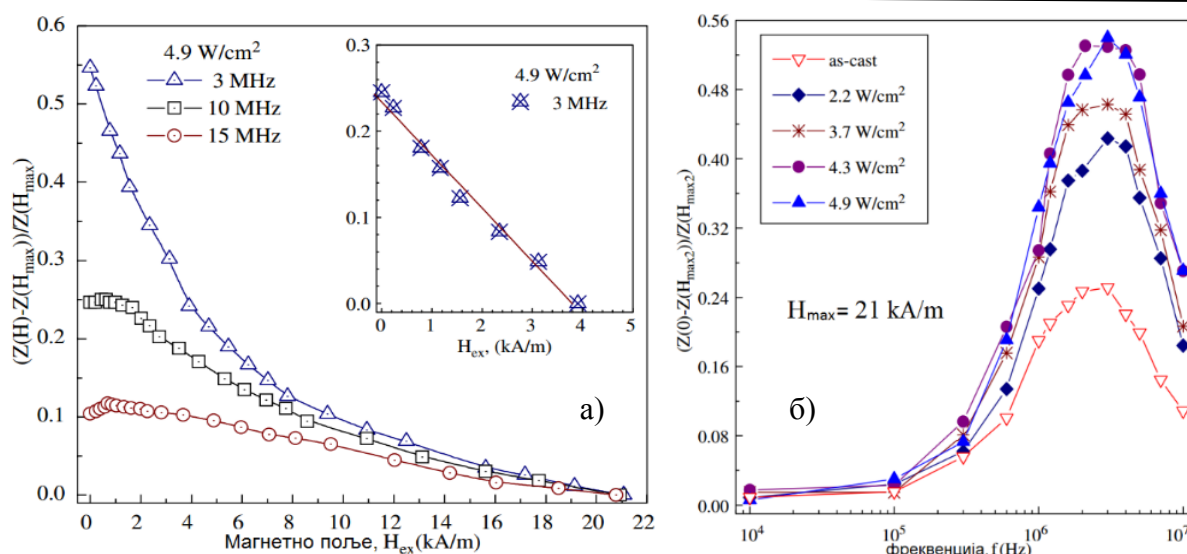
Сл. 28 Конвенционално одгревање траке $Fe_{73.5}Cu_1Mo_3Si_{13.5}B_9$ у магнетном пољу: а) приказ методе, б) МИ однос за траку одгревану са и без магнетног поља [105].

У радовима [102-104] је проучаван утицај одгревања на МИ ефекат легуре на бази кобалта (Со), где је уочено да је дошло до повећања ефекта при одгревању у пољу трансверзалне оријентације у односу на дужину узорка, док је при лонгитудиналној оријентацији ефекат скроз потиснут. Одгревањем аморфне траке $Fe_{73.5}Cu_1Mo_3Si_{13.5}B_9$ у магнетном пољу $H_a = 24$ kA/m, трансверзалне оријентације у односу на узорак, дошло је до двоструког побољшања у односу на исту легуру одгревану без деловања поља [105].

В) Одгревање струјом

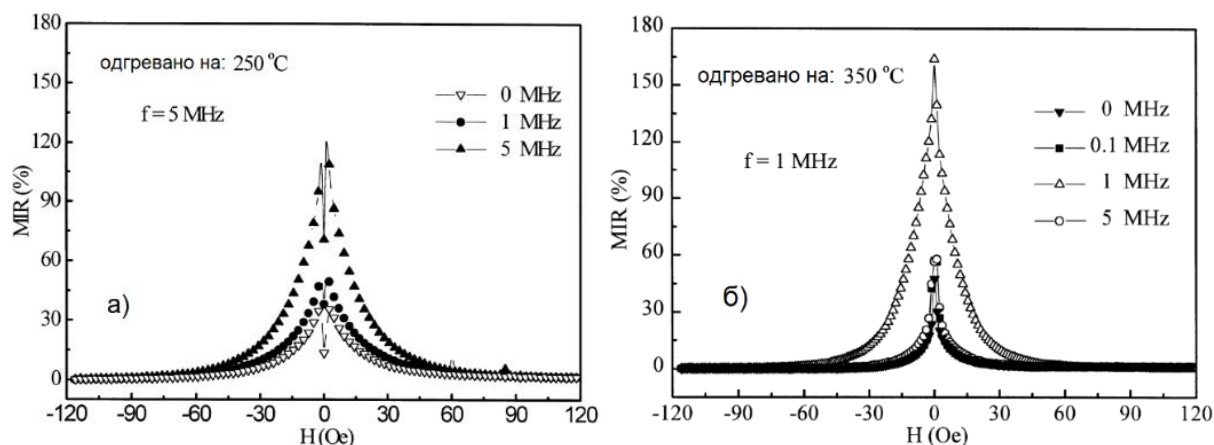
Одгревање струјом изводи се углавном деловањем једносмерне (dc) струје (сл. 30), где се загревање узорка врши по Џуловом закону, топлотна енергија расте са квадратом струје. Истовремено, проласком струје индукује се кружно магнетно поље око проводника, које врши уређивање кружне магнетне анизотропије унутар аморфних жица [106-111] и трака [77, 112, 113].

Утицај dc струје различитог интензитета у трајању од 60 s на МИ однос за аморфну траку $Fe_{72}Al_5Ga_2P_{11}C_6B_4$ је реализован тако да је снага грејања (P_S) мењана је од 2,2 W/m² до 7,1 W/m², а добијено је да се одгревањем струјом за $P_S = 4,9$ W/m² постиже највећи МИ однос (сл. 29) [77].



Сл. 29 Одгревање струјом: а) МИ однос у зависности од магнетног поља за $P_S=4,9 \text{ W/m}^2$ и б) МИ однос у зависности од фреквенције за $H_{max}=21 \text{ kA/m}$ и различите струје одгревања [77].

Одгревање струјом се може комбиновати са конвенционалним одгревањем, где се класичним пећима постиже константна температура, а струја која се истовремено пропушта кроз узорак врши промену магнетне анизотропије. У тим случајевима уочена је предност деловања *ac* у односу на *dc* струју [114]. Такође, интересантно је приметити да се максималан МИ однос постиже на фреквенцијама идентичним фреквенцији пропуштене струје кроз узорак легуре $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Ni}_1\text{B}_{14}\text{Si}_{15}$ приликом одгревања (сл. 30). Аутори из референце [114] су дали објашњење да се *ac* струјом постижу боља магнетномека својства у површинској зони узорка у односу на *dc* струју.

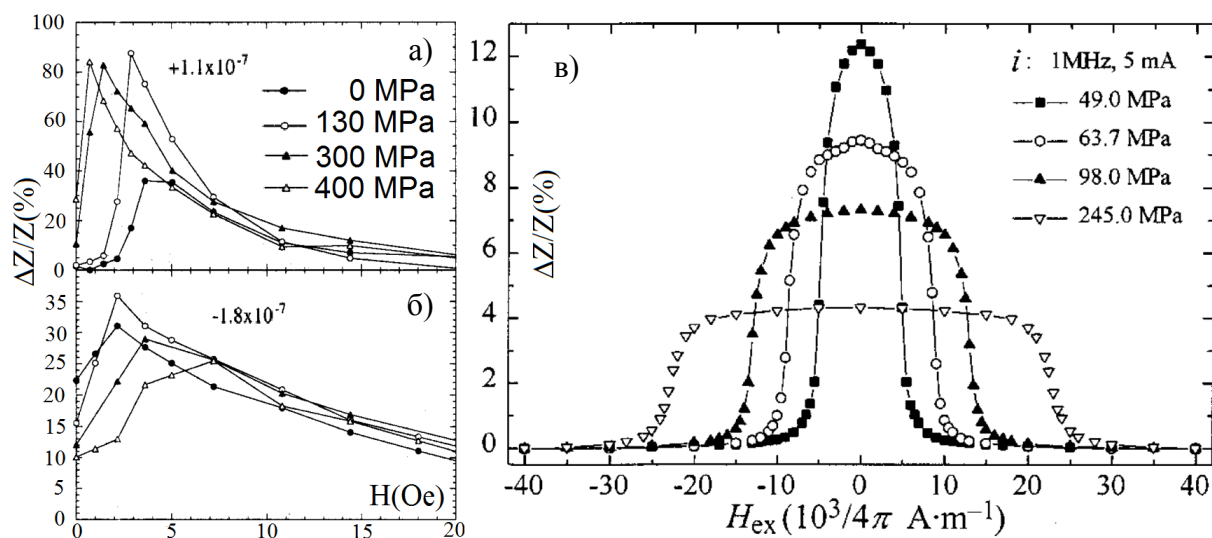


Сл. 30 Зависност МИ односа, од фреквенције *ac* струје којом се одгрева трака $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Ni}_1\text{B}_{14}\text{Si}_{15}$ на: а) 250°C и б) 350°C , I_{cat} у вакууму. [114]

Г) Утицај истезања траке на МИ ефекат

Истежањем траке долази до механичког напрезања, чија је последица промена трансверзалне магнетно кристалне анизотропије, а услед промене доменске структуре материјала. Овако изазване структурне промене доводе до побољшања магнетне пермеабилности и смањења магнетострикције [115]. Установљено је да код аморфних

трака на бази кобалта (састава $Co_{67}Fe_4Mo_{1.5}Si_{16.5}B_{11}$ (сл. 31а)) и $Co_{66.3}Fe_{3.7}Si_{12}B_{18}$) након истезања долази до повећавања МИ односа [115, 116], док је код узорака на бази гвожђа (састав $Fe_{73}Cu_1Nb_{1.5}V_2Si_{13.5}B_9$) супротан ефекат (сл. 31б) [117].



Сл. 31 Утицај истезања на МИ однос за траку $Co_{67}Fe_4Mo_{1.5}Si_{16.5}B_{11}$ са а) позитивном магнетострикцијом, б) негативном магнетострикцијом [115] и в) Утицај истезања на МИ однос за траку $Fe_{73}Cu_1Nb_{1.5}V_2Si_{13.5}B_9$ [117].

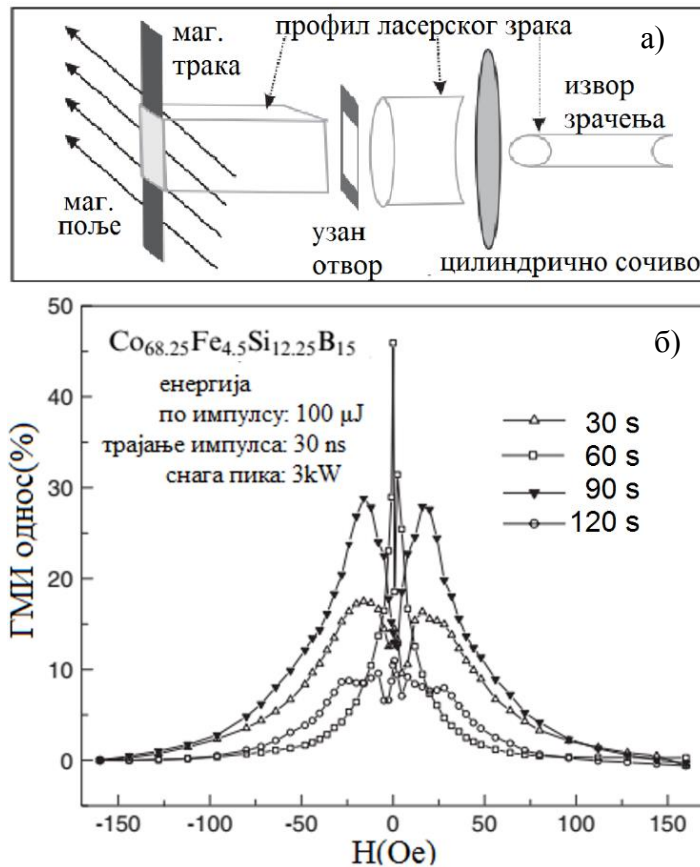
Различити утицаји истезања на МИ однос у аморфним тракама на бази гвожђа и кобалта могу се приписати позитивном, односно негативном коефицијенту магнетострикције респективно [115].

Истежање траке се може комбиновати са одгревањем струјом које може бити након [118] или у току [105,113,119-121] механичког напрезања. Такође, истезање се може комбиновати са истовременим деловањем магнетног поља којим се додатно уређује магнета анизотропија [122].

Д) Ласерско одгревање

Утицај одгревања аморфних трака и жица (на бази кобалта) дејством ласерске енергије истраживао је Ахн [123, 124]. Узорци легуре су одгревани контролисаним ласерским импулсима уређајем: Nd:YAG ласерском енергијом од 65 до 230 mJ/импулсу у ваздуху. Ласерским третманом аморфне траке $Co_{66}Fe_4NiB_{14}Si_{15}$, уочено је да се са повећањем енергије до 136 mJ, максимум МИ односа повећавао (до 30%), а даљим повећавањем енергије он је имао тренд опадања [123].

Такође, установљено је да одгревањем енергијом ласера до 100 mJ долази до смањења поља магнетне анизотропије H_k и раста МИ односа, што се доводи у везу са побољшањем магнетно меких својстава [124]. Још већа побољшања се постижу комбиновањем ове методе са истовременим деловањем трансверзално оријентисаног магнетног поља [125]. У истом раду су истраживани утицај трајања ласерског импулса на МИ однос, где је установљено да је оптимално време трајања ласерског зрачења на узорак 60 секунди (сл. 32).



Сл. 32 Ласерско одгревање: а) шематски приказ методе и б) дијаграм МИ односа за легуру на бази кобалта ласерски одгревану различитим временским интервалима [125].

Ласерско одгревање у магнетном пољу је врло практично јер се постижу жељени утицаји на промену структуре аморфних легура у релативно кратком временском интервалу (за око 1 минут), где у поређењу са одгревањем у пећи није потребно обезбедити заштитну атмосферу јер је време третмана много краће.

3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ДЕО

3.1 Израда траке састава $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

Легура, облика траке $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$, која је испитивана у овој дисертацији, добијена је методом брзог хлађења на ротирајућем диску. Диск је пречника $R=0.9m$, угаона брзина диска је $\omega_{rot}=1940$ обртаја/мин, периферијска брзина диска $v=40,61$ m/s, $T_{rastopa}=1368$ K, $\Delta T=75$ K ($T_{topljenja}=1293$ K), $p_{He}=1,4$ bar, $p_{kom}=1$ bar ($\Delta p=0,4$ bar)

Легура је добијена коришћењем полазних материјали високе чистоће, следећих атомских маса: гвожђе (Fe), „*АРМКО*“, $a_{Fe}=55,847$; бор (B), легура Fe-B (17% B), $a_B=10,811$; бакар (Cu), електротехнички $a_{Cu}=63,546$; силицијум (Si), монокристални, $a_{Si}=28,085$; ванадијум (V), поликристални, $a_V=50,941$. Масени удео сваког елемента у легури прорачунат је по формули [20]:

$$b_i = \frac{100}{\frac{\sum_{j=1}^n c_j a_j}{c_i a_i}}, \quad (25)$$

где је за n-компонентни систем са c_i означен атомски проценат, са b_i масени проценат и са a_i атомска маса i - те компоненте.

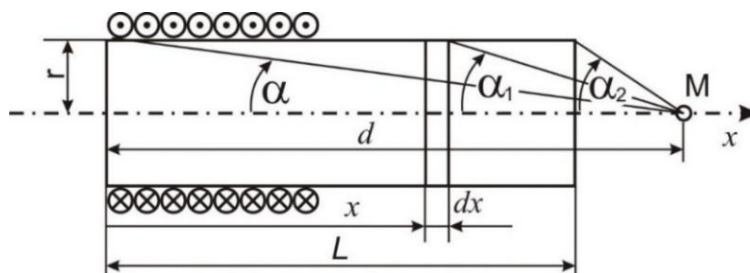
Финални производ је трака ширине 1,5 mm и дебљине око 55 μm , која је добијена у два корака. Пре финално добијене траке, која се добија ултрабрзим хлађењем растопа (апаратуром описаном у поглављу 2.2, сл.4.), направљена је предлегура која је припремљена на тај начин што су саставни елементи помешани и истопљени у атмосфери хелијума, а потом постепено хлађени. Предлегура је кристалне структуре, а сврха њене израде јесте да се отклоне нечистоће и повећање хомогеност финалне легуре.

3.2. Генератор хомогеног магнетног поља

Испитивање магнетних својства аморфних/нанокристалних легура углавном се врши у магнетном пољу које је могуће контролисати, а добијене податке касније обрађивати. За потребе експеримента у овој дисертацији, конструисана су и карактерисана два генератора хомогеног магнетног поља високе хомогености по x оси.

3.2.1. Поље у оси соленоида

Претпоставимо да се соленоид састоји од великог броја намотаја танког проводника који је густо и равномерно намотан на цилиндру полупречника r и дужине L (сл. 34) [137, 126]. Ако се намотај састоји од великог броја N навојака, онда је број навојака на елементу dx дужне осе соленоида Ndx/L .



Сл. 33 Приказ соленоида са индукцијом у тачки М.

Ако је I струја у соленоиду, којег чини група навојака на елементу dx , може се третирати као једна кружна струјна контура у којој је јачина струје $(NI/L)dx$, а цео соленоид може се сматрати као низ еквивалентних кружних струјних контура са међусобним растојањем dx . Пошто у тачкама осе соленоида, елементарне индукције од појединих струјних контура имају само аксијалну компоненту, можемо их алгебарски сабрати, па је укупна индукција у тачки M [126]:

$$B = \int dB = \mu_0 \frac{NI}{2L} \int dx \frac{\sin^3 \alpha}{r}, \quad (26)$$

где је x растојање елементарне струјне контуре од левог краја соленоида, а са d растојање од тачке M , где важе релације: $d - x = ctg \alpha$ и $dx = (r/\sin^3 \alpha) d\alpha$. Ако израчунамо интеграл у интервалу од α_1 до α_2 , добићемо:

$$B = \mu_0 \frac{NI}{2L} \int_{\alpha_1}^{\alpha_2} \sin \alpha \, d\alpha = \mu_0 \frac{NI}{2L} (\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2). \quad (27)$$

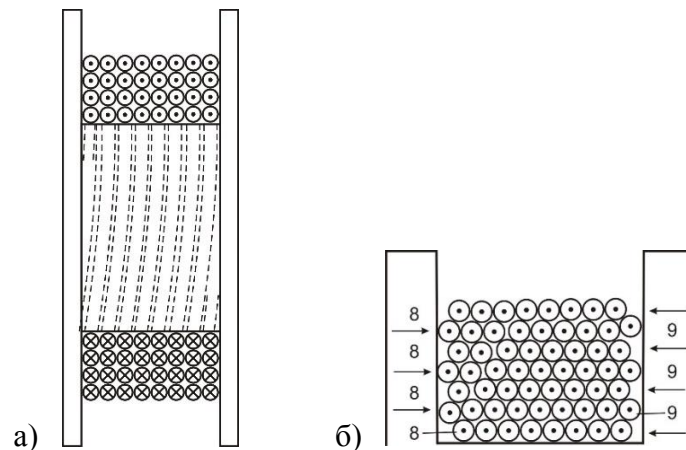
Ако посматрамо тачку M у центру и на ивици соленоида, добијамо изразе за индукцију у центру соленоида:

$$\alpha_2 = \pi - \alpha_1 \Rightarrow B = \mu_0 \frac{NI}{2L} 2 \cos \alpha_1 = \mu_0 \frac{NI}{2L} \frac{1}{\sqrt{1+(r/L)^2}}, \quad (28)$$

где када је L много веће од r , следи: $B = \mu_0 NI/L$, а по истом принципу, када је $\alpha_2 = \pi/2$, добијамо да је индукција на крају соленоида: $B = \mu_0 NI/2L$, односно два пута мања у односу на центар соленоида.

3.2.2. Поље у оси калема

Калем можемо посматрати као одређени број соленоида намотаних један на други, где се полупречник сваког наредног соленоида у односу на претходни увећава за дебљину жице (у случају идеалних контура) (сл.34 а).



Сл.34 Паковање жице у калем: а) идеалне контуре, б) реалне контуре.

Код тањих попречних пресека лаковане жице, тешко је идеално паковати сваки наредни ред жице тачно један на други, тако да намотај у сваком наредном реду (соленоиду) код кружног проводника, упада у жлебове између два претходна намотаја (сл. 34 б)). У том случају повећање полупречника сваког наредног соленоида у калему одређује као количник дебљине калема и броја намотаних соленоида, што је нешто мање вредности

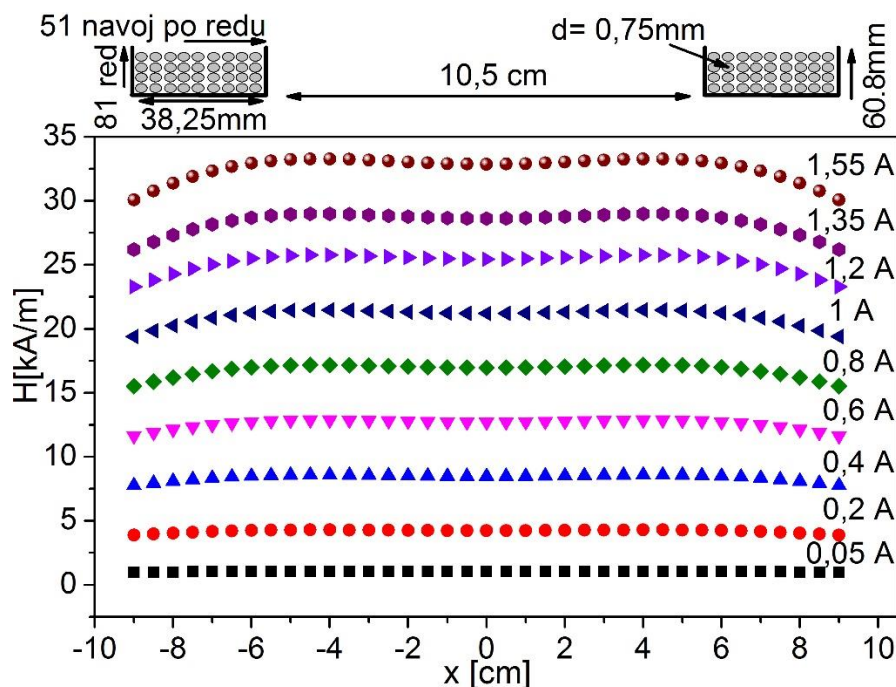
од укупне дебљине жице (са изолацијом). Код дебљих попречних пресека жице и тачно димензиониране ширине рама калема, могуће је постићи да сваки ред калема има идентичан број намотаја, али у случају када није испуњен овај услов, обично сваки други ред калема има идентичан број навојака, а суседни се разликују за један навојак (сл. 34 б). Дакле, поље у оси соленоида рачуна се по формули (27), а поље у оси калема добија се као алгебарски збир свих појединачних резултата.

3.2.3. Поље у оси пара калемова (систем Хелмхолцових калемова)

Ако претходно описано применимо на пар калемова којима је L у односу на r знатно мање те ако се они поставе на међусобно растојање a и ако је испуњен услов да је $a = r$, добићемо да је магнетно поље између овако постављених калемова приближно хомогено по x оси. Овакав систем калемова познат је под називом „Хелмхолцови калемови“, по научнику који их је конструисао. Уколико је ($a > r$) или ($a < r$) хомогеност поља се губи, а линије поља су конвексне или конкавне, редом (прилог 1). На слици из прилога 1 су приказани параметри за прорачун поља у оси калемова, са појединачним случајевима позиције параметра x у оси калемова.

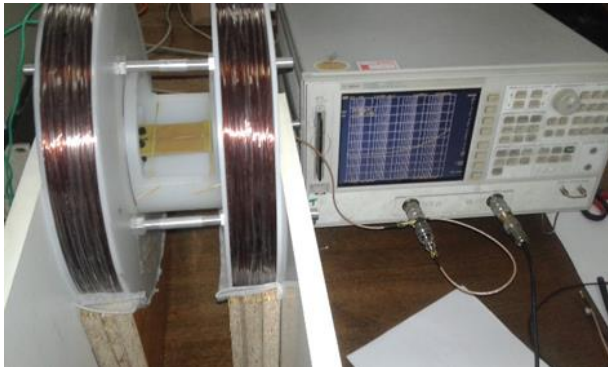
Блок дијаграм „G“ програма који се извршава у програмском пакету „Labview“ за случај односно $L < x < b$ приказан у прилогу 2. Када је вредност x ван ових граница, потребно је прилагодити и програмски код креирањем подпрограма за сваки случај приказан у прилогу 1. На основу геометрије и податка о дебљини жице одређује се број завојака по соленоиду, као и број редова (соленоида) у калему. Параметром „померање“, што је блиско вредности дебљине жице „ d “ дефинише се промена параметра „ a “ приликом извршења сваке програмске петље („FOR loop“) у „G“ програму, а бројем соленоида се дефинише колико ће се програмских петљи извршити.

Изглед предњег панела програма „G“ на Labview платформи приказан је у прилогу 3. На сл. 35, приказани су резултати за 1D систем Хелмхолцових калемова.



Сл. 35 Вредности магнетног поља у x оси 1D система Хелмхолцових калемова

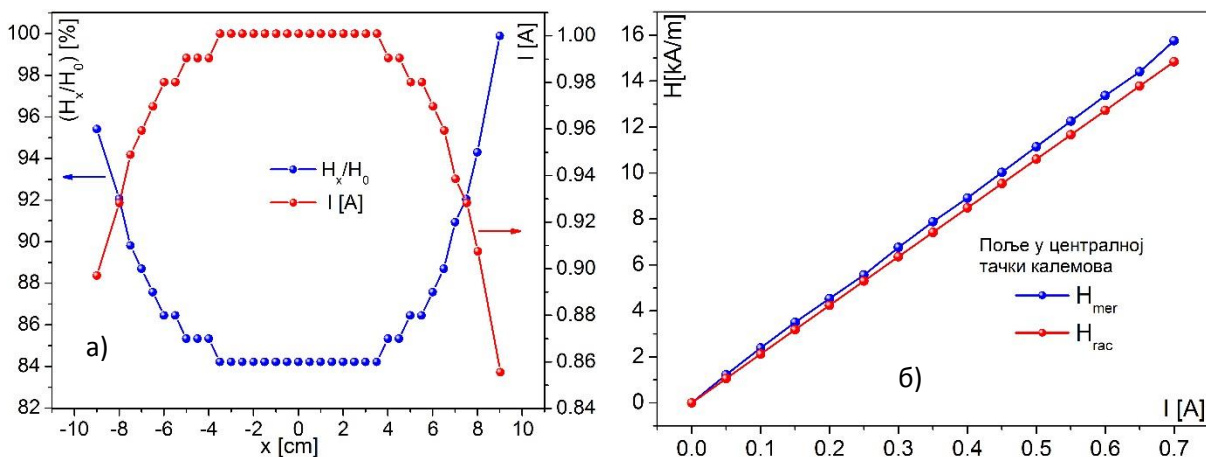
За потребе експеримената, генерисано је магнетно поље интензитета до 32 kA/m (сл. 35), системом 1D калемовима приказаним на сл. 36 (*прво техничко решење*). Да би се постигло H_{\max} , потребно је обезбедити dc извор од око 380 V, који је довољан да произведе $I_{\max}=1,55$ A.



$x = 9,1$ cm (нулти положај – центар осе)
$L = 3,825$ cm (ширина калемова)
$a = 10$ cm
$b = 14,375$ cm
$c = 18,2$ cm
$N = 51$ (број навојака по реду)
$d = 0,75$ mm (дебљина жице са лаком)
број редова (соленоида) = 81
$R_1 = 172\Omega$ $R_2 = 173\Omega$

Сл. 36 Пар Хелмхолцових калемова – прво техничко решење (прилог 1)

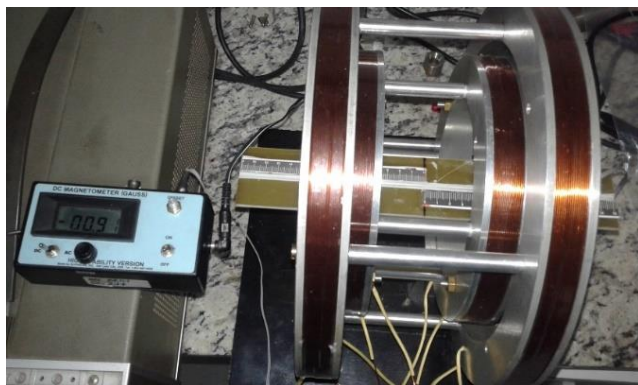
Испитивање хомогености поља, вршено је са Холовим прекидачем TLE 4905 L, чије су техничке карактеристике и шема споја дате у прилогу 4. У струјно коло је додата и лед диода која сигнализира рад прекидача и радни прекидач. Хомогеност поља је мерена, на тај начин што је Холов прекидач померан за 0,5 cm, дуж x осе од централне тачке у лево („– смер”) и десно („+ смер”). Сигнална лампица (диода) укључивањем сигнализира да је магнетно поље достигло довољну вредност за његово укључивање, те је у овом случају оно обрнуто пропорционално вредности струје кроз калем која производи магнетно поље (сл.37 а)). Експериментални резултати су показали добро слагање са израчунатим вредностима (сл.37 б)).



Сл. 37 Испитивање хомогености Хелмхолц калемова: а) експериментални резултати, б) поређење експерименталних и израчунатих резултата у централној тачки

Како би се додатно поправила хомогеност магнетног поља, код другог техничког решења коришћена су два пара Хелмхолцових калемова (сл. 38). Ради побољшања симетрије калемова, за израду рамова коришћен је дуралуминијум (сл. 38), за разлику од техничке пластике која је коришћена код првог решења (сл. 36). Предност другог техничког решења огледа се и оптимизованим напајањем, где је потребно око шест пута нижи напон да би се постигло магнетно поље исте јачине. Описани генератори магнетног поља

коришћени су при магнетним мерењима: (i) МИ- ефекта (оба тех. решења генерисаним пољем по x - оси) и (ii) мерење магнетизације Фарадејевом методом (другим техничким решењем, генерисаним пољем по y - оси).



Мали калемови	Велики калемови
$x = 5,75 \text{ cm}$	$x = 7,75 \text{ cm}$
$L = 2 \text{ cm}$	$L = 2 \text{ cm}$
$a = 8,5 \text{ cm}$	$a = 13 \text{ cm}$
$b = 9,5 \text{ cm}$	$b = 13,5 \text{ cm}$
$c = 11,5 \text{ cm}$	$c = 15,5 \text{ cm}$
$N = 377$	$N = 367$
$d = 0,95$	$d = 0,95$
број редова = 21	број редова = 21
$R_{\text{Мук}} = 5,5 \Omega$	$R_{\text{Вук}} = 7,7 \Omega$

Сл. 38 Два пара Хелмхолцових калемова (друго техничко решење).

Испитивање хомогености магнетног поља код другог техничког решења генератора магнетног поља, реализована је са два магнетометра: *AlphaLab Inc* (сл. 39 а)) и *Metrolab*¹ (сл. 39 б)). За прецизно померање сензора, дизајниран је клизач са кочницом (сл. 39 в)).

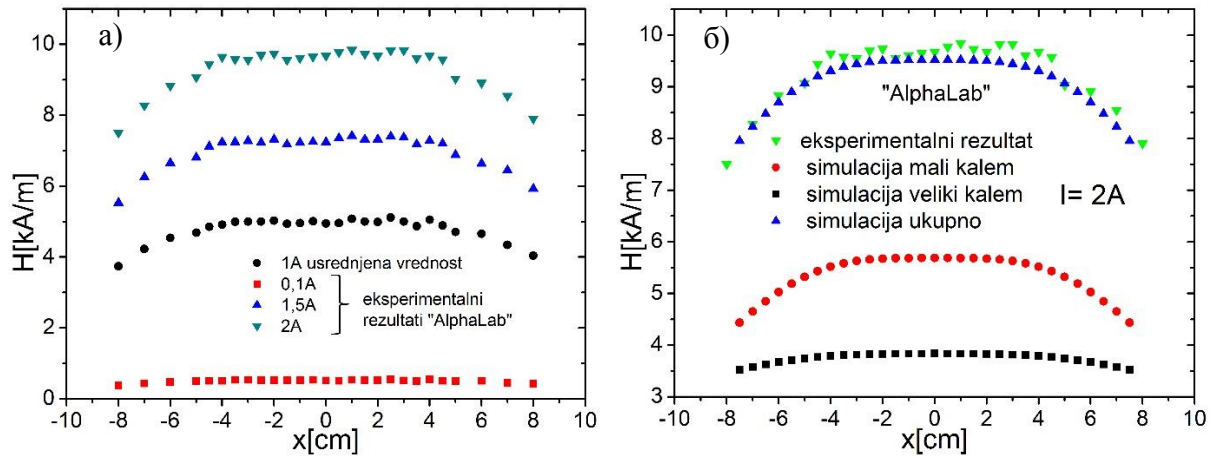


Сл. 40 Опрема за проверу хомогености магнетног поља, магнетометри: а) „AlphaLab Inc.“ и б) „Metrolab“ и в) клизач са кочницом

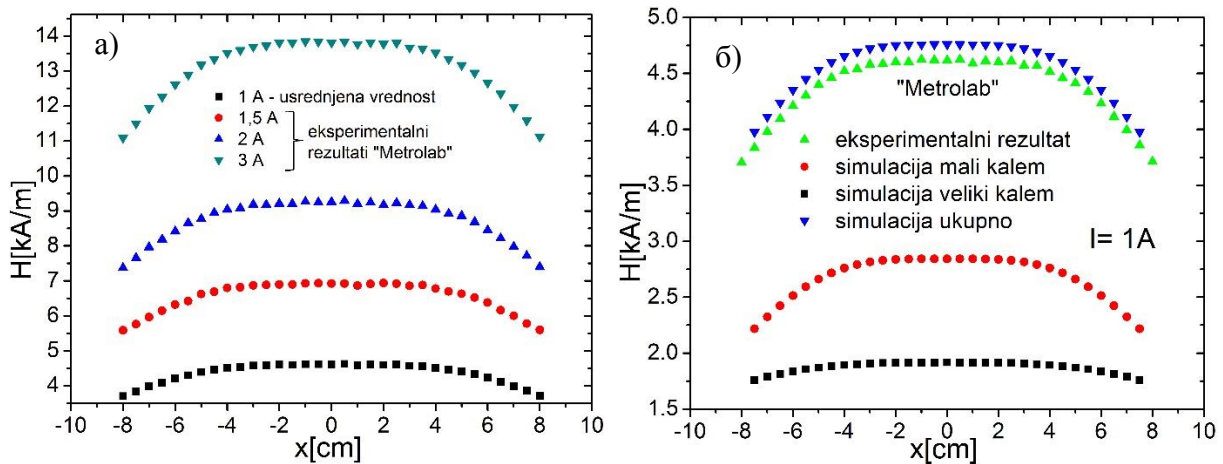
Резултати испитивања хомогености другог генератора хомогеног магнетног поља приказани су на сл. 41 – 43. На сл. 41 приказани су дијаграми добијени експерименталним резултатима и израчунатим вредностима магнетног поља по x -оси који је мерен инструментом фирме „AlphaLab Inc“, док су на сл. 42 приказани резултати добијени инструментом „Metrolab“. Израчуната вредност магнетног поља по x -оси, практично представља средњу вредност експерименталних резултата добијених са два различита

¹ Инструмент приказује аутоматски три компоненте и збирну вредност магнетног поља. Мерна сонда се може прикључити и на РС рачунар којим се преко апликације врши мониторинг поља (идентично као и на PDA уређају који је део комплета мерне апаратуре).

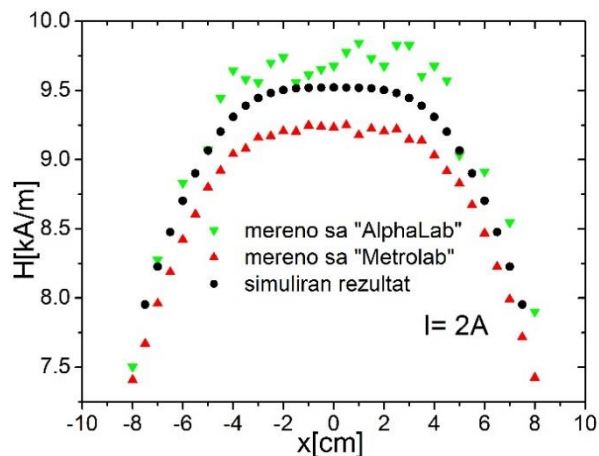
магнетометра (сл. 43), те је та вредност коришћена за анализу МИ ефекта испитиване траке. Другим техничким решењем могуће је и испитивати кристално-магнетну анизотропију материјала постављањем једног пара Хелмхолцових калемова под 90° у односу на други (сл. 44).



Сл. 41 Испитивање хомогености генератора магнетног поља инст. AlphaLab Inc: а) експериментални подаци, б) поређење експерименталних и израчунатих резултата.



Сл. 42 Испитивање хомогености генератора магнетног поља инструментом „Metrolab“ са клизачем: а) експериментални подаци, б) поређење експерименталних и рачунатих резултата.



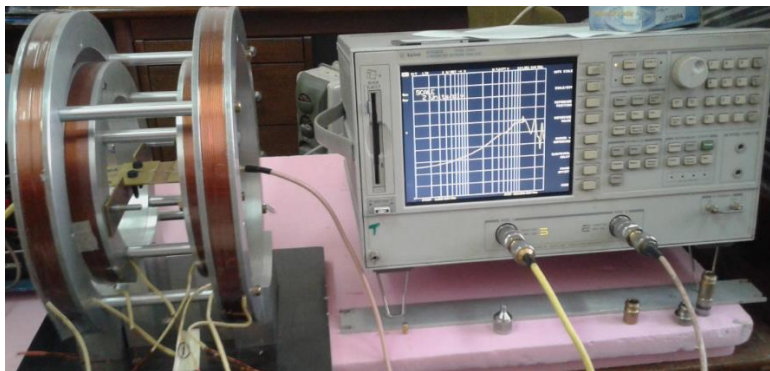
Сл. 43 Поређене добијених резултата хомогености магнетног поља у x оси са два различита магнетометра са симулираним резултатом



Сл. 44 Два пара Хелмхолцових калемова постављених попречно један у односу на други

3.3. Мерење магнето-импедансе на вишим фреквенцијама

У теоретском делу објашњен је принцип мерења МИ ефекта, где је показано да постоје суштинске разлике за мерење на нижим фреквенцијама (до 1 MHz) у односу на више (од 1 MHz до 6 GHz), где се принцип мерења заснива на микроталасној техници и параметрима расејања (S- парамети, „scattering parameters“) [127]. У овој дисертацији за експерименте је коришћен инструмент „Vector Network Analyser Agilent 8753ES“ (сл. 45) [112, 128-131].

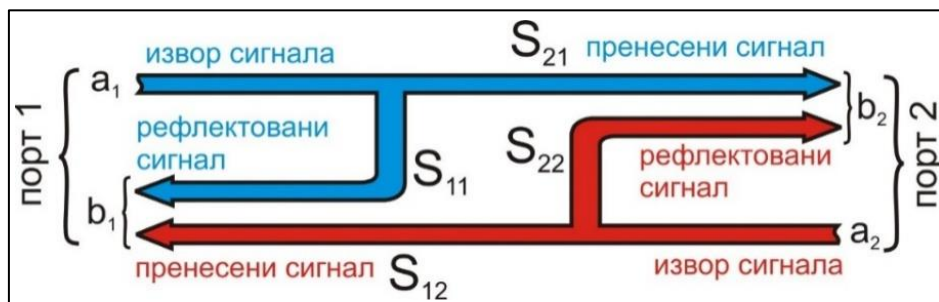


Сл. 45 Инструмент VNA, спрегнут са генератором магнетног поља

Да би се појаснио принцип мерења, потребно је дефинисати параметре расејања, којима се у пракси описују и пројектују електротехничке компоненте у микроталасним уређајима и врши прилагођавање потрошача повезаних на микроталасне изворе. С тим у вези, S-параметри се дефинишу са две основне релације (сл. 46) [127]:

$$b_1 = S_{11} \cdot a_1 + S_{12} \cdot a_2 \quad \text{и} \quad b_2 = S_{21} \cdot a_1 + S_{22} \cdot a_2, \quad (29)$$

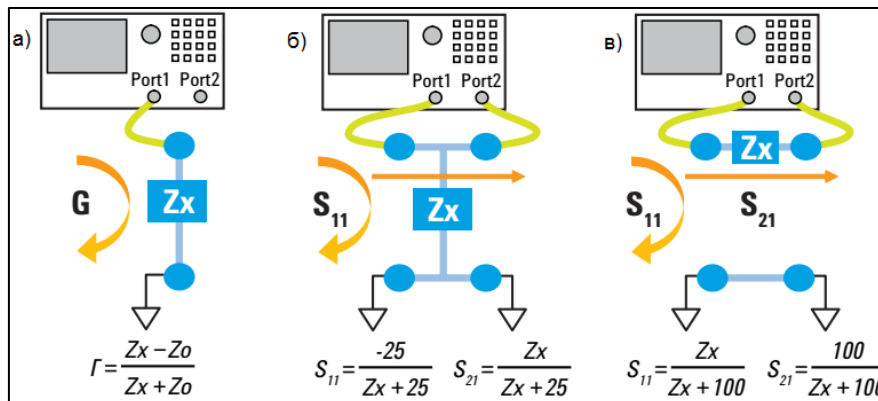
где је: S_{11} - одлазни рефлектујући коефицијент; S_{22} - повратни рефлектујући коефицијент ; S_{21} - одлазни трансмисиони коефицијент („gain“ или „loss“) и S_{12} - повратни трансмисиони коефицијент. Параметри S_{11} и S_{22} су параметри рефлексије (одбијања), а S_{21} и S_{12} параметри трансмисије (преноса) сигнала, [127].



Сл. 46 Шематски приказ параметара расејања [127]

Ако се улазу појачивача додели приступ 1, а излазу приступ 2, параметар S_{21} описује појачање, параметар S_{12} изолацију, а параметри S_{11} и S_{22} прилагођење на улазу, односно излазу појачавача. За повезивање узорка на инструмент потребно је дизајнирати посебан носач узорка који мора по димензијама бити у сагласности са опсегом фреквенција које ће се користити при мерењу. При том треба водити рачуна о односу таласне дужине електромагнетног таласа λ и дужине медијума l кроз који се он простире. Код средњих и виших фреквенција (MF- средње: 300 kHz – 3000 kHz; HF-високе: 3 MHz – 30 MHz; VHF-врло високе: 30 MHz – 300 MHz и више) битну улогу у мерењу, имају преносни водови

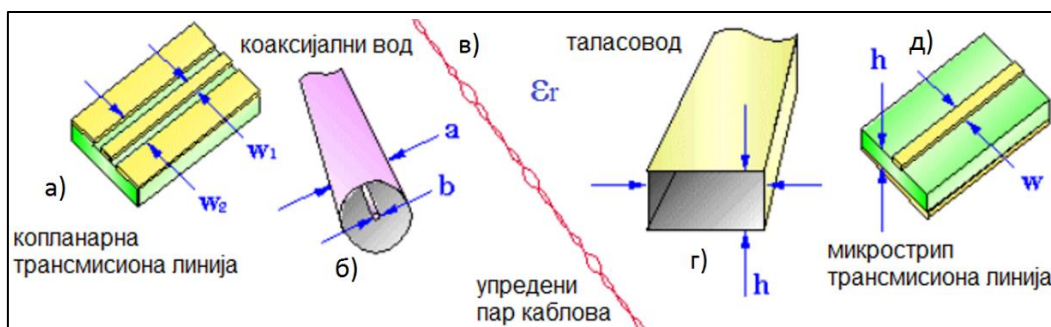
(проводници), где измерена струја и напон нису једнаки на сваком месту [127]. Из тог разлога обраћа се велика пажња на карактеристичну импедансу (Z_0) прикључних каблова на инструмент VNA. Карактеристична импеданса се дефинише као однос напона и струје који је константан у било којој тачки бесконачно дугачког хомогеног вода. Она се може дефинисати и као импеданса којом треба завршити проводник, да би његова улазна импеданса била једнака њој самој. Карактеристична импеданса је секундарни параметар вода и такође се дефинише као геометријска средина импеданси затвореног (Z_{kv} - кратка веза) и отвореног вода (Z_{∞} - отворена веза): $Z_0 = (Z_{kv} \cdot Z_{\infty})^{1/2}$, где се може користити и: $Z_{kv} = R + j\omega L$; $Y = G + j\omega C$, тако да је: $Z_0 = [(R + j\omega L) / (G + j\omega C)]^{1/2}$ [127]. За потребе мерења инструментом VNA, произвођач (HP Agilent) је определио употребу коаксијалних каблова са $Z_0 = 50\Omega$, као и методе за мерење непознате импедансе (Z_x) (сл. 47).



Сл. 47 Мерење импедансе инструментом VNA са а) једним приступом, б) и в) са два приступа различитих конфигурација DUT [129].

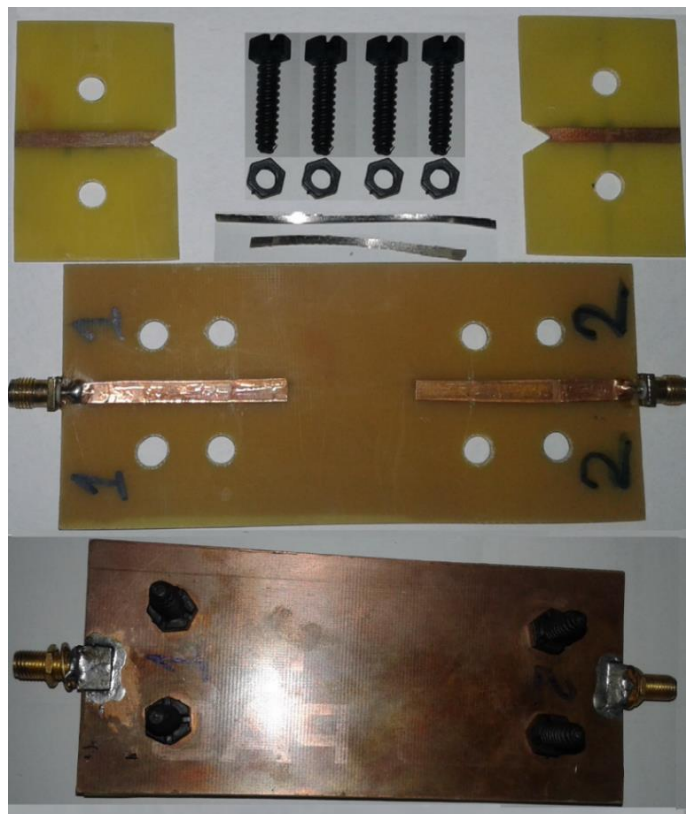
Одабир методе зависи од вредности непознате импедансе. Ако је непозната импеданса блиска вредности Z_0 , користи се метода са једним приступом инструмента (сл. 47а)) где се непозната импеданса одређује преко односа између непознате и карактеристичне импедансе [129]. У случајевима када је већа разлика између Z_0 и Z_x , повећава се и шум (сметње) које се јављају при мерењу, тако да се у том случају користи метода шента (серијског повезивања), где се узорак повезује на два начина. Први начин је краткоспајањем приступа (и средњег дела кабла и оклопа - „ширма“) између којих се повезује непозната импеданса (сл. 47 б)). Други начин је да се „ширма“ кратко споји, а средњи део кабла повезује преко непознате импедансе (сл. 47 в)) [129].

На сл. 48 приказане су различите изведбе преносних медијума којима се обезбеђује пренос сигнала са минималним губицима и сметњама, где поред геометрије и преносних водава, важну улогу има изолација, тј. њена диелектрична константа ϵ_r . За потребе експеримента креиран је носач узорка по узору на медијум за пренос сигнала облика микрострип трансмисионе линије (сл. 58 д)).



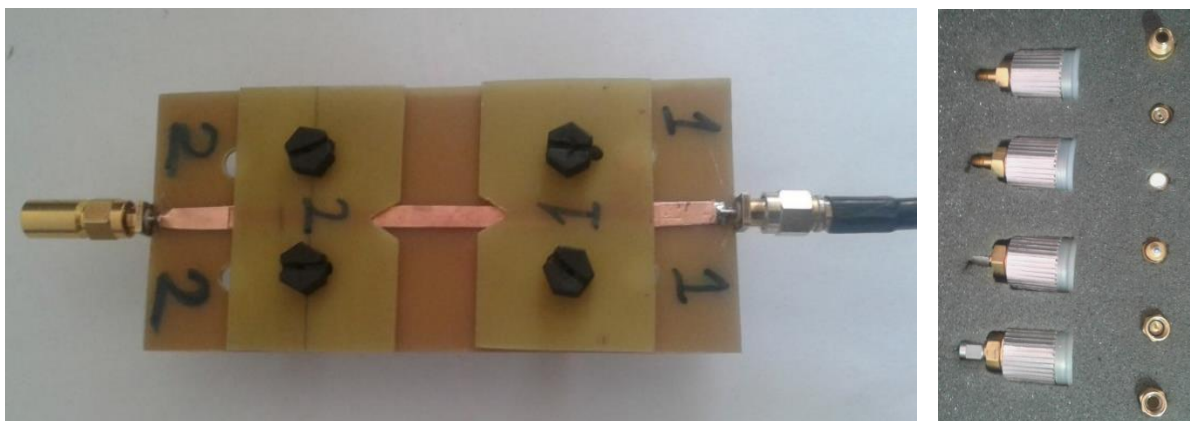
Сл. 48 Медијуми за преносе сигнала у микроталасној техници. [127]

Носач узорка у изведби микрострип трансмисионе линије, који је коришћен у дисертацији за мерење импедансе приказан је на сл. 49.



Сл. 49 Изглед носача узорка за мерење МИ- ефекта у облику микрострип трансмисионе линије

Носач узорка је дизајниран тако да прекид трансмисионе линије могуће повећавати до 5 cm, чиме се заправо регулише дужина дела узорка на коме се мери Z_x . На крајевима носача су постављени „SMA 7“ конектори. У пракси је могуће користити и друге типове прикључака (BNC“ и „NC“), што зависи од фреквенције мерне струје. Пре почетка мерења обавезно је калибрисање уређаја (сл. 50 а)), спајањем три прикључна сегмента из комплета за калибрацију (сл. 50 б)), којима се симулира „отворена веза“, „кратка веза“ и Z_0 ($Z= 50 \Omega$). На тај начин се анулира утицај прикључних каблова и носача узорка.



Сл. 50 Калибрисање инструмента VNA: а) приказ поступка методом са једним приступом и б) комплет прикључака за калибрисање

Импеданса, која је мерена током методе испитивања МИ односа су методом повезивања узорка преко једног приступа (сл. 47 а)), где је растојање међу контактима било 2,5 cm и методом повезивања узорка између два приступа (сл. 47 б)), где је растојање између узорка било 5 cm. Резултати код обе методе су били приближно исти.

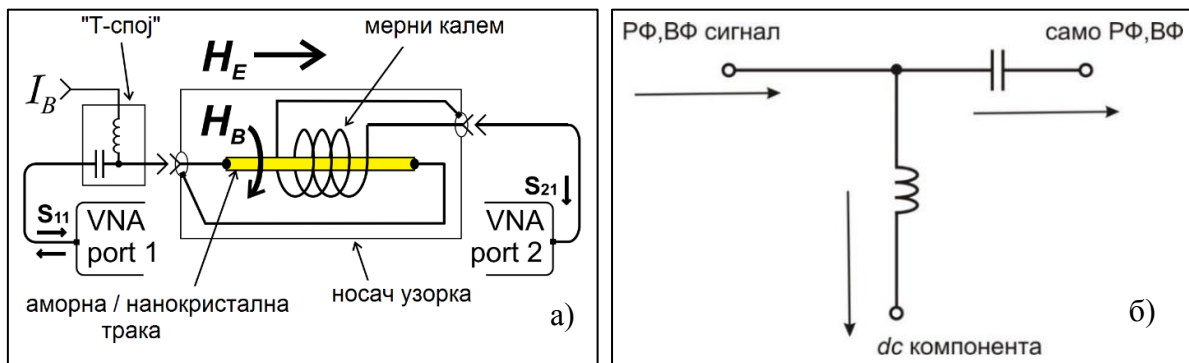
Резултат измерене импедансе се приказује на дисплеју инструмента (сл. 45 и сл.47), где постоји могућност памћења првог снимања и на тај начин се пореди са сваким наредним мерењем, што омогућава лакше праћење експеримента, чиме се умањује могућност мерне грешке (сл. 51).



Сл. 51 Резултати мерења импедансе инструментом VNA за приказом првог мерења.

Магнетно поље је генерисано системом Хелмхолцових калема, описаним у поглављу 3.2.3, који се повезује на напајање којим је могуће прецизно мењати струју. Поред тога, инструменту се подешава фреквентни мерни опсег (максималан је од 30 kHz до 6 GHz. За потребе експеримената у овој дисертацији, коришћен је опсег од 1 MHz до 300 MHz, са линеарном расподелом, где је и забележен максимални МИ однос.

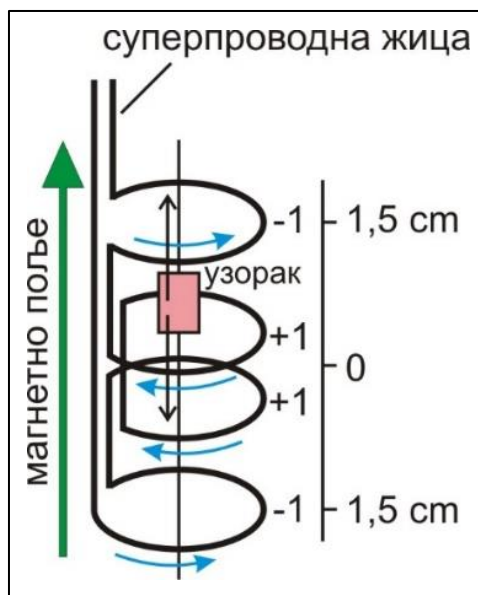
За снимање радне и комплексне компоненти импедансе уређајем VNA, неопходно је користити додатни прибор, тј. Т- спој (*Bias tee*). Једна од изведби приказана је на сл. 52 а), где је узорак био дужине 1mm [128]. Т- спој се добија повезивањем кондензатора и завојнице (пригушнице) у облику слова „Т“ (сл. 52 б)), који пропушта само наизменични сигнал кроз кондензатор и истосмерни сигнал кроз завојницу.



Сл. 52 Мерење активне и реактивне компоненте МИ ефекта инструментом VNA: а) шематски приказ методе и б) приказ Т-споја [128]

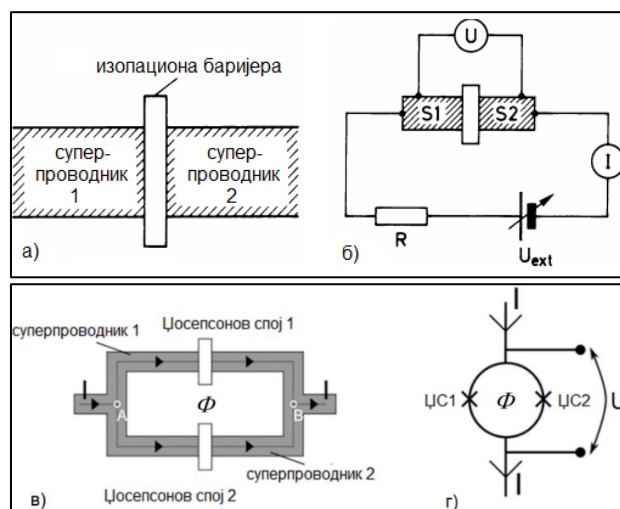
3.4 SQUID (Superconducting quantum interference device)

SQUID апаратуром могуће је мерити мале вредности магнетне индукције и до $5 \cdot 10^{-18}$ Т. Принцип рада уређаја заснива се на вертикалном кретању узорка унутар магнетног поља високе хомогености по оси кретања. Магнетно поље ствара се јаким електромагнетима и до вредности ± 7 Т. Пошто су магнетни моменти који се индукују у материјалу изузетно мали, потребно је обезбедити веома осетљив уређај за мерење. Ово се постиже изведбом симетричних мерних завојница укупне дужине 3 до 4 cm (сл. 53), при чему у унутрашњим намотајима струја у односу на бочне намотаје креће супротним смером.



Сл. 53 Изглед мерних калемова код методе SQUID

Систем намотаја од суперпроводног материјала обезбеђује да се индуковани струјни сигнал у њима готово без губитака и сметњи пренесе преко појачавача на тзв. Џозепсонов спој (Josephson junction) (сл. 54) [132], који представљају два суперпроводника раздвојена веома малом баријером ($d < 3$ nm), где долази до ефекта тунеловања. Џозепсонов ефекат мери се према шеми на сл. 54 б).



Сл. 54 Мерење Џозепсоновог ефекта: а) изглед споја и б) повезивање Џозепсоновог споја у мерно коло в) и г) повезивање два Џозепсонова споја у прстен [132]

Постоје две изведбе уређаја: RF-SQUID где се за мерење користи један Цозепсонов спој (сл. 54 а) и б)) и DC-SQUID (сл. 54 в) и г)), где се за мерење користе два Цозепсонова споја повезана у прстен. Зависност промене напона на крајевима прстена од промене магнетног флукса унутар постављеног узорка добија се из релације $\Delta U = R \cdot \Delta I$, а на основу $2 \cdot I = 2 \cdot (\Delta \Phi / L)$, где је L индуктивност суперпроводног прстена, добијамо коначну формулу $U = (R \cdot \Delta \Phi) / L$, тако да се уређај назива и конвертор магнетног флукса у напон.

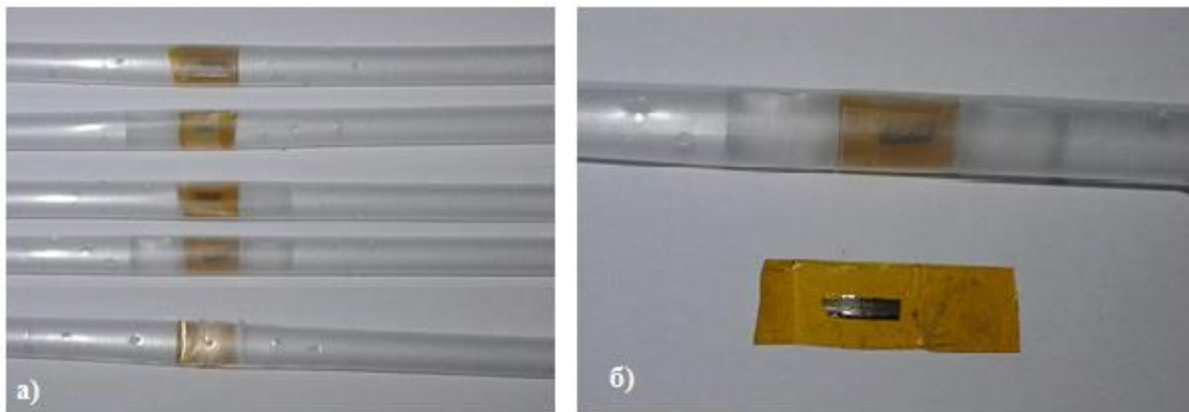
Експерименти за потребе докторске дисертације рађени су на методи SQUID на уређају „*Magnetic Properties Measurements System: MPMS-XL5 Quantum Design*“, постављеном у Институту за нуклеарне науке „Винча“ у Лабораторији за теоријску физику и физику за кондезоване материјале (сл. 55).



Сл. 55 Метода SQUID у Институту за нуклеарне науке „Винча“

Уређајем је могуће мерити магнетне величине материјала на температурама од 1,9 К до 400 К, поузданости 0,5%. Максимална јачина магнетног поља је ± 5 Т, које може да се генерише у суперпроводном и нормалном режиму рада одређеног градијента. Мерни узорак треба да је димензија до 5×5 mm, који је могуће траслационо и ротационо померати ($0^\circ - 360^\circ$) у магнетном пољу ради одређивања магнетне анизотропије. Са уређајем се углавном снима статички хистерезис, али додатном опремом и динамички у фреквентном опсегу од 0,01Hz до 1kHz. Стандардан опсег мерења је магнетни момент материјала до 5 emu, али уз додатну опрему могуће је мерити и вредности до 300 emu, што омогућава карактерисање материјала од дијамагнетика до јаких перманентних магнета. Такође, могуће је проучавати магнетно-оптичка својства, додатком оптичких и ласерских уређаја. Дакле, овим уређајем могуће је урадити анализе магнетних својстава: магнетну хистерезисну криву, магнетну анизотропију, магнетни момент у зависности од положаја узорка, магнетни моменат у зависности од температуре хлађења или загревања узорка и др. У овој дисертацији приказани су резултати мерења магнетног момента у зависности од магнетног поља које је деловало у правцу дужи узорка (лонгитудинално), на собној температури (300 К). Јачина магнетног поља мењана је од +5 до -5 kOe ($\pm 397,8$ kA/m).

На сл. 56 приказани су узорци припремљени за мерење методом SQUID, који се фиксирају у PVC цевчици.



Сл. 56 Припремљени узорци за мерење апаратуром SQUID: а) узорци одгревани различитим температурама, б) увећан узорак

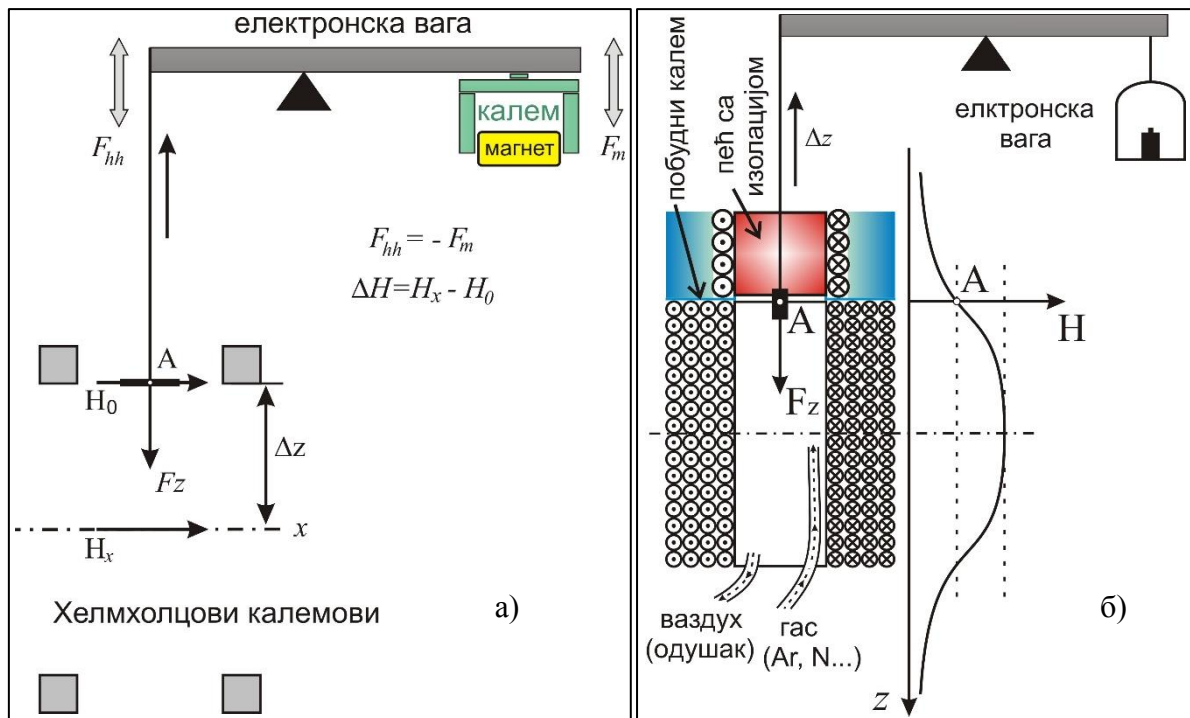
3.5 Мерење магнетних величина Фарадејевом методом

Мерење магнетних величина (магнетна суцептибилност, пермеабилност и магнетизација) врши се коришћењем електронске ваге високе осетљивости (углавном $10^{-4}g$ и веће). Метода се заснива на постављању узорака испод ваге у магнетно поље одређеног градијента, где се деловање привлачне силе на узорак манифестује као привидна промена тежине узорка која зависи од јачине поља које се генерише Хелмхолцовим калемовима. Наиме, када је узорак постављен о тас ваге, на њега делује само сила гравитације $F_g = m \cdot g$, где је m - маса, а g - је гравитационо убрзање. За прорачун магнетних величина потребно је обезбедити линеарно растуће магнетно поље по вертикалној оси, односно константан градијент ($dH/dx = \text{const.}$) у областима нешто већим од димензија узорка, где се он помера деловањем привлачне силе. Деловањем магнетног поља на узорак, на њега делује додатно и магнетна сила што се манифестује променама очитане масе на ваги. У зависности од ефеката, у пракси постоје две методе за мерење вагом: Гијова (*Gouy*) и Фарадејева (*Faraday*). Фарадејевом методом се мере узорци мале запремине. Код материјала са великом магнетизацијом, магнетна привлачна сила је вишеструко већа од његове тежине, што ову методу чини врло практичном за праћење релативних магнетних промена. Такође, методом је погодно мерити зависност магнетних величина у односу на високе вредности температуре (нпр. кристализације аморфних структура или до Киријеве температуре). Овом методом је мерена масена магнетизација у зависности од магнетног поља, која је изведена ($M_p = \chi_p \cdot H$) из мерења масене магнетне суцептибилности [133]:

$$\chi_p = \frac{F_z}{m \mu_0 H \frac{dH}{dz}}, \quad (30)$$

где је χ_p - масена магнетна суцептибилност, F_z - магнетна сила, m - маса, dH/dz - промена магнетног поља по дужини z . Запреминска магнетизација и магнетна суцептибилност, добијају се множењем масених вредности са густином узорка, ρ .

С обзиром на то да је код електронских вага тас непомичан са променом мерног терета, Фарадејева метода се може модификовати применом генератора магнетног поља по вертикалној оси помоћу једног калема или системом Хелмхолцових калемова (сл. 57). При томе се за промену магнетног поља узима вредност разлике најјачег поља и вредности поља где је постављен узорак, а промена дужине је заправо растојање од тачке постављања узорка до централне тачке калема (тачка где је поље најјаче).



Сл. 57 Модификована Фарадејева метода за мерење магнетне суспектибилности, где је генератор нехомогеног поља: а) Хелмхолцови калемови, б) један калем.

У Војнотехничком институту је постављена модификована метода са Хелмхолцовим калемовима (57 а)). Узорак се у том случају поставља у горњој зони калемова, у равни са првим намотајем. Магнетна сила је мерена електронском вагом марке ОНАУС модел ЕР4102СМ осетљивости 10^{-7} N, која има систем качења испод ваге (енг. „under hook“).

Модификована метода са једним калемом постављена је у ФТН у Чачку (57 б)), где је магнета индукција на ивици калема у односу на централни део два пута мања ($B = \mu_0 NI/2L$), што је изведено из једначине (27), тако да се узорак поставља у линији врха калема. Магнетна сила је мерена електронском вагом SARATORIJUS модел 2462, осетљивости 10^{-7} N.

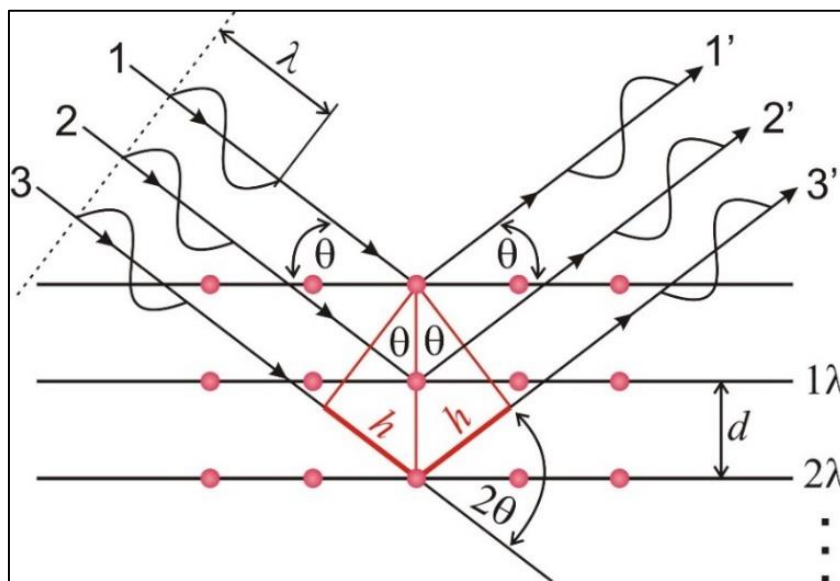
Обе изведбе модификоване Фарадејева ваге прилагођене су за испитивање структурних промена материјала топлотним дејством, уградњом пећи за одгревање унутар Хелмхолцових калемова (сл. 57 а)) или изнад калема (сл. 57 б)).

3.6 Рендгеноструктурна анализа

Карактерисање кристалних материјала, праћење процеса кристализације, тј. увећавања кристалита у материјалу врши се методом дифракције рендгенског зрачења (XRD *eng. X-Ray Diffraction*). XRD анализом могу се добити информације о координатама елемената у јединичној ћелији, међуатомским растојањима и њиховим угловима и микроструктурним параметрима. Такође, могуће је одредити и фазни састав и заступљености фаза у вишефазним системима [13].

Кристал представља природну дифракциону решетку за рендгенске (X) зраке јер је њихова таласна дужина истог реда као и растојање између градитеља кристалне решетке. Њиховим проласком кроз кристал, долази до промене поларитета дипола, који зависи од фреквенције зрака, при чему диполи емитују сопствене таласе исте фреквенције у свим правцима. Новонастали таласи који су нормални на тангенту су *кохерентни*, а сви остали

нестају услед њихове интерференције. Приликом деловања снопа монохроматских рендгенских зрака таласне дужине λ , само мањи део ће се одбити од атома у кристалној равни (сл. 58), који ће се услед интерференције или појачати или ослабити.

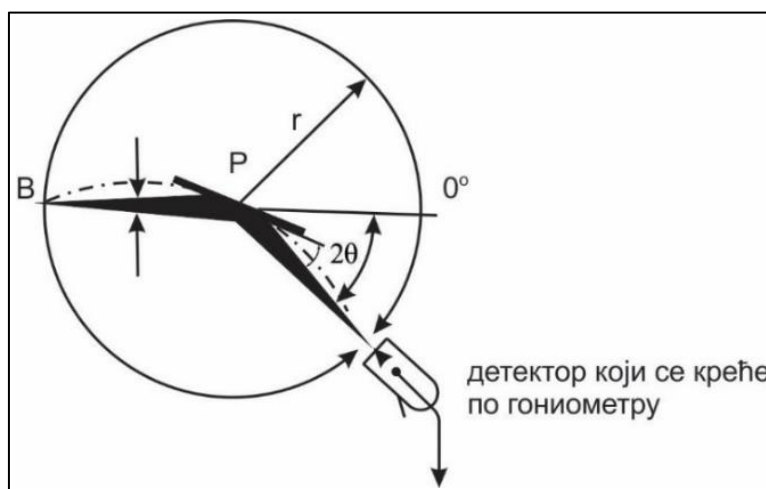


Сл.58 Извођење Брегове једначине [13].

Разлика путање два зрака, једнака је суми два одсечка означених са h . Како је $h=d \cdot \sin\theta$, то је укупна разлика пута: $\Delta s = 2d \cdot \sin\theta$, где је d - размак две равни; θ - упадни, односно одбојни угао (Брагов угао). У случају да долази до појачања интензитета имамо да је $\Delta s = n\lambda$, где је n - ред дифракције (целобројна вредност); λ - таласна дужина рендгенских зрака. На основу претходно написаног, коначан облик Брагове једначине је:

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta . \quad (31)$$

Често се због проблема величине монокристала користи метода испитивања пресованог праха, која је позната и као Дебај-Шерерова метода. За проучавање кристалне структуре савремени уређаји користе дифрактометар, где се гониометар са сцинтилационим бројачем креће око узорка, при чему се региструје рефлектовани зрак који одговара углу 2θ (сл. 59) [13].



Сл.59 Шематски приказ рада дифрактометра (B - фокус, P - центар цеви, r - полупречник мерног круга, 2θ - дифракциони угао) [13]

Коришћењем Вилијамсон-Холове методе [134], може се одредити просечна величина кристалита, l , кристалних фаза у испитиваном материјалу, коришћењем следеће једначине:

$$\beta \cos \theta = \frac{\lambda}{l} + 2\eta \sin \theta, \quad (32)$$

где је: λ - таласна дужина X- зрака, θ - Брагов угао, β - интегрална ширина дифракционе линије и 2η - микронапрезање

Анализом појединачне рефлексије рендгенских дифрактограма, могуће је одредити коефицијенте текстуре различитих кристалних равни, који се одређују једначином [135]:

$$T_x = \frac{I}{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_i}, \quad (33)$$

где је T_x - коефицијент текстуре, I - измерени (укупни) интензитет, I_i - интензитет рефлексије поједине кристалне равни, нормиран у односу на референту PDF-2 базу података и n - укупан број рефлексија одговарајуће кристалне фазе.

3.7 Месбауерова (Mössbauer–ова) спектроскопија

Месбауерова спектроскопија (MS) је једна од метода нуклеарне спектроскопије којом се проучавају хиперфине интеракције у чврстом стању. Те интеракције се одређују мерењем магнетног поља и/или градијента електричног поља Месбауеровом сондом-језгром. Откриће методе нуклеарне магнетне резонанце (NMR) 1946. године сматра се почетком проучавања хиперфиних интеракција, а након тога поред Месбауерове, откривене су и друге методе нуклеарне спектроскопије [136, 137, 138].

Месбауеровом спектроскопија је најпогоднија за одређивање електронске структуре Месбауеровог атома, затим његове валентности, спина или магнетног момента. Метода се заснива на мерењу хиперфиних интеракција на основу детектовања гама-зрака које извор емитује и који пролазе кроз испитивани кристал. Највећи допринос хиперфиним интеракцијама потиче од густине електрона у језгру. Три основне интеракције зову се: изомерни помак, електрични квадруполни помак и хиперфино магнетно поље [139].

Месбауеров ефекат је безумачна нуклеарна резонантна апсорпција гама зрака. То је догађај када се при одређеним условима емитовани гама зрак из језгра емитера потом апсорбује у неком другом језгру исте врсте. Ефекат се не испољава код сваке врсте језгра и базира се на „решавању“ проблема узмака језгра који настаје услед емитовања фотона из језгра, што је последица закона одржања импулса и закона одржања енергије. Потребан услов да побуђено језгро емитује фотон без узмака (тј. са занемарљивим узмаком), је да је оно уграђено у кристалну решетку. Наиме, језгро слободно вибрира у кристалној решетки, а под одређеним условима, импулс узмака језгра се може пренети на читав кристал (поједностављено, када језгро-емитер има масу целог кристала од најмање 10^{15} јона). Тада је енергија узмака језгра-емитера занемарљива, стога је резонантна апсорпција могућа. Да би се у експерименту произвео Месбауеров ефекат, постоје и додатни услови везани за природу нуклеарног распада у коме се емитује фотон, енергије емитованог фотона, и други услови које језгро-емитер мора испуњавати [140].

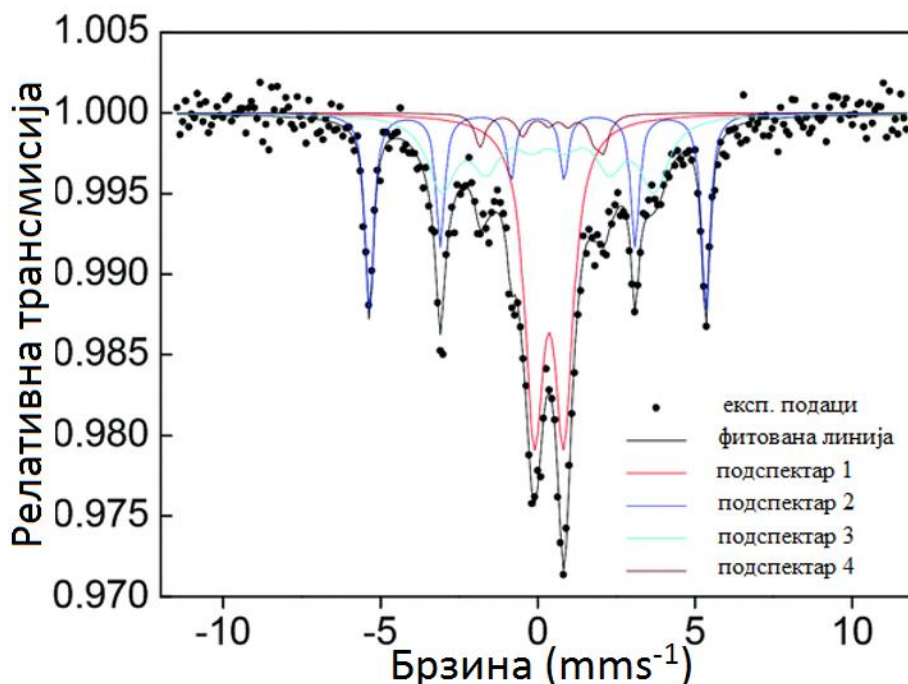
Постоје трансмисиони и рефлектујући Месбауерови спектрометри. У трансмисионом режиму детектују се γ -зраци, док се у рефлектујућем режиму детектују емитовани, тј. конверзиони електрони са површине узорка (*Conversion Electron Mössbauer Spectroscopy*

– CEMS). У овој дисертацији коришћен је Месбауеров спектрометар произвођача „Wissenschaftliche elektronik GmbH“ који је постављен у Лабораторији за нуклеарну и плазма физику, Института за нуклеарне науке „Винча“, Института од националног значаја за Републику Србију, Универзитета у Београду, који ради у трансмисионом режиму. Узорак је непомичан апсорбер који се поставља у колимисани сноп γ -зрака добијених из радиоактивног извора изотопа гвожђа ^{57}Fe , где се његово побуђено стање добија захватом електрона у $^{57}Co(Rh)$. Такође, потребно је да узорак има Месбауерове изотопе у основном стању [140].

Извор γ -зрака је покретан и контролише се помоћу електромеханичког трансдуктора брзине (конвертор једног типа енергије у други), што омогућава контролисано кретање извора како би се постигли услови за Доплеров (*Doppler*) ефекат (услед оствареног релативног кретања извора и пријемника) [141].

Како би био остварен Месбауеров ефекат, радиоактивни изотоп који се користи код Месбауерове спектроскопије треба да поседује побуђено и основно стање. Енергија прелаза не сме бити превелика тако да енергија γ -зрака (E_γ) буде у распону од: $5 \text{ keV} < E_\gamma = E_e - E_g < 180 \text{ keV}$, како би резонантни захват апсорбера био поспешен. Побуђено стања (време живота τ_N) мора бити веће од 10^{-9} s , а мање од 10^{-6} s , како би резонантна емисиона линија била оптималне ширине потребне за детекцију хиперфине интеракције [142].

Месбауеров уређај има могућност померања извора гама фотона различитим брзинама ради постизања Доплеровог ефекта. Брзина извора (ткз. профил брзине) се задаје преко генератора функције за трансдуктор. Број сигнала који се региструје у гама детектору (који детектује пропуштене гама зраке кроз испитивани узорак-апсорбер) сабира се у припадајућим каналима вишеканалног анализатора. При брзинама извора које одговарају резонантној апсорпцији у узорку, долази до пада броја регистрованих сигнала у детектору. Тако се добија корелација регистрованог интензитета γ -зрачења у детектору са брзином кретања извора, односно Месбауеров спектар (сл. 60) [140].



Сл.60 Пример ^{57}Fe – Месбауеровог спектра са обрађеним сигналом специјализованим софтвером нанокристалне легуре $Nd-Fe-B-Na$ [143]

Месбаурова спектроскопија се сматра осетљивијом методом за испитивање нанокристалних структура гвожђа у односу на рендгеноструктурну анализу, али се обично примењују једна уз другу. Њом је могуће одредити локално окружење Fe, где се помоћу Месбаурових параметара, може одредити структура фазе, која се уз сагласност са XRD анализом може и конкретно идентификовати.

Узорци су припремљени на тај начин што су траке легуре $Fe_{72}Si_{15}B_8V_4Cu_1$ поређане тако да формирају кружну површину пречника 1,5 cm која је прелепљена лепљивом траком, која је без утицаја на резултате, како би узорак био компактан приликом карактерисања. Пре припреме, узорци су одгревани различитим температурама (573 K, 723 K, 773 K, 823 K, 873 K и 973 K). На тај начин је омогућено да се анализирају структурне промене у узорцима које су индуковане одгревањем. Месбаурови спектри овако припремљених узорака су снимљени на собној температури. Скала брзине кретања извора (velocity scale) баждарена је на собној температури коришћењем стандардног α -Fe материјала и у мерној јединици mm/s. За анализу Месбаурових спектра коришћен је софтвер „WinNormos - SITE/DIST“. Изомерни помак δ дат је у односу на α -Fe.

Месбаурови спектри делимично кристализованих узорака су обрађени (фитовани) коришћењем „WinNormos-DIST“ програма. За Месбауров подспектар који припада аморфној магнетној фази коришћен је исти тип расподеле хиперфиног магнетног поља и корелације између хиперфиних параметара за све делимично кристализоване узорке. Расподела хиперфиног магнетног поља је описана помоћу хистограмске дистрибуције састављене од 40 секстета са кораком од 1 T (Тесла), од којих се сваки секстет састојао од 6 Лоренцових линија са истим ширинама пикова на половини максимума линије (*full width at half maximum* – *FWHM*, 0.6 mm/s). За расподелу је коришћена линеарна корелација између хиперфиног магнетног поља и изомерског помака у процедури фитовања. У оквиру истог програма WinNormos-DIST приликом фитовања спектра делимично кристализованих узорака њихов кристални део, описан са шест до седам дискретних секстета и једним дискретним дублетом (сви припадајући хиперфини параметри за кристални део су били променљиви током процедуре фитовања), је био комбинован са хистограмском дистрибуцијом која описује аморфни део. Приказане грешке у табелама резултата најбољих фитова су оне које проистичу само из поступка фитовања, параметри хиперфине интеракције који су представљени без грешке били су фиксирани у коначном прецизирању модела фита. Потребно је напоменути да се због великог преклапања Месбаурових подспектра који припадају аморфном и кристалном делу, појављују (уочене су током фитовања) велике корелације између хиперфиних параметара везаних за подспектре. Добијени су фитови сличног квалитета, али са значајно различитим физичким смислом. Информације из рендгенске дифракције о аморфним и кристалним деловима и идентификованим фазама у узорцима коришћене су у процедури одлучивања о томе који модел треба да буде изабран за најбољи фит за сваки појединачни узорак. Месбаурови спектри потпуно кристализованих узорака су обрађени помоћу WinNormos-SITE програма. Број и врста кристалних компоненти (тј. Месбаурових подспектра у фиту) варирали су у прелиминарним фитовима. Са претпоставком да су f -фактори ^{57}Fe атома уграђених у аморфној и кристалним фазама у појединачном узорку једнаки (f - фракција нуклеарних прелаза без узмака језгра), релативне површине припадајућих Месбаурових подспектра (релативна површина

подспектра је однос површине подспектра према укупној површини спектра) су пропорционалне релативној заступљености тих фаза у том узорку.

3.8 Микроскоп атомских сила

Принцип мерења микроскопа атомских сила заснива се на мерењу међумолекуларних сила које делују између атома мереног узорка и мерне сонде-наноконзоле који су у директном контакту. Мерење се врши од тачке до тачке, после чега се снимљени резултати обједињавају у снимак површине. На основу измерене вредности интензитета силе, реконструишу се микрогеометријске неправилности рубних делова, тј. испупчења и удубљења, где збир свих резултата формира слику површине узорка. Наноконзолем се мери сила интензитета неколико nN, што даје резолуцију од 10^{-9} m. Овом методом се добијају подаци о храпавости техничких површина где су основни појмови према стандарду: површинска храпавост, профил површине, профил валовитости, профил храпавости, референтна дужина и други. За процену храпавости користе се различити параметри: R_a - просечна храпавост, која се добија као аритметичка средина одступања профила од средње линије, R_q (rms - „root mean squared”) – средња вредност квадратног одступања, која се добија као просечна вредност квадратног одступања профила од средње линије.

Пре и након одгревања, узорци легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ су анализирани микроскопом атомских сила са 3-Д визуелизацијом у амбијенталним условима (*AFM with Nano Scope 3D, Veeco*) на Технолошко – металуршком факултету у Београду. Мерни уређај је контакт са површином остваривао силицијум-нитридном сондом, која притиска површину са 20-60 N/m и приказује резултате према задатим маркерима.

3.9 Скенирајући електронски микроскоп

Први електронски микроскоп направљен је 1932. године у Немачкој. Основ његовог рада је интеракција испитиваног материјала и снопа високоенергетских електрона који се усмеравају магнетним сочивима, а изведени су посебном геометријом струјних калемова.

Граница резолуције електронског микроскопа је у распону 0,1 - 0,2 nm и повећање 100.000 пута. Постоје два основна типа електронског микроскопа: скенирајући (СЕМ) и трансмисиони (ТЕМ). Код скенирајућег електронског микроскопа, слика се добија помоћу електрона који се одбијају од површине испитиваног предмета, насупрот трансмисионог где електрони пролазе кроз предмет. Постоје одређене потешкоће приликом припреме узорака за ТЕМ микроскопију јер се захтева врло танак узорак како би се омогућио пролаз електрона кроз предмет, стога се он припрема специјалним уређајима на дебљину до 20 nm. За потребе постизања довољне брзине електрона за продор кроз предмет, микроскоп се напаја изузетно високим напоном, и до неколико хиљада киловолти (kV). Овим методама се могу испитивати топографије површина чврстих неиспарљивих материјала (металних, неметалних, композита, минерала), микроструктура, поједини микроконституенти у микроструктури и дефекти у материјалима, продукти корозије, дисперзност прашкастих материјала, а у зависности од врсте микроскопа и биолошки узорци и друго [144]. Уз додатну опрему, која је углавном стандардна при испоруци савремених апарата, анализом карактеристичног рендгенског, X-зрачења може да се истовремено извршити и хемијска анализа појединих конституената или површине узорка (енергодисперзиона анализа X-зрака, EDS или EDX).

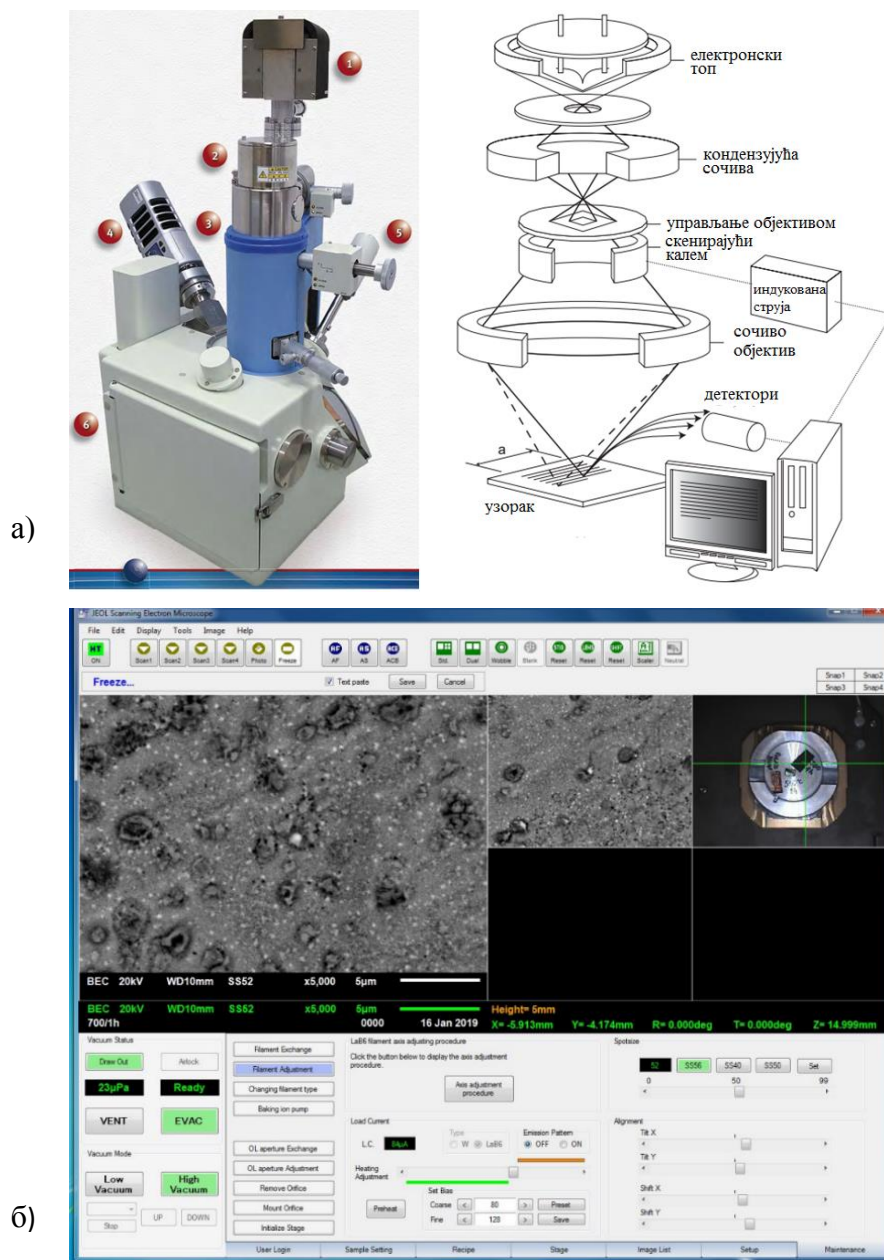
Емитовани електрони су примарни електрони. Приликом интеракције електронског снопа са узорком, на његовој површини долази до одређених промена у електронској конфигурацији. Када се под дејством снопа емитује електрон из ниже љуске, на његово место долази електрон са вишег нивоа, што за последицу има емитовање фотона. Ако емитовани фотон доведе до емисије електрона, тај електрон се назива Ожеов електрон (*Auger electrons AE*). Један део електрона из извора се одбија од површине узорка и расипа (*backscattered electrons*), затим долази до појаве секундарних електрона (*secondary electrons –SE*), као и x – зрака (*characteristic X-ray- EDX*). (сл. 61).



Сл.61 Илустрација интеракције упадног снопа електрона са материјалом код SEM микроскопа [144]

Као извор електрона најчешће се користи волфрамно влакно. За анализу површине, у овој дисертацији је коришћен SEM микроскоп модел: JEOL JSM-6610LV, (сл. 62 а)). Уређај има могућност генерисања напона 0,3 kV – 30 kV (са волфрамовом (W) или LaB₆ жицом); EDS детектор X-зрака (енергодисперзиони спектрометар, Oxford Instruments X-Max 20 mm², са могућношћу детекције елемента са $Z \geq 5$, граница детекције је ≈ 0.1 мас.% и резолуције 126 eV); а узорак треба да је максималне масе 1 kg, ширине 20 cm и висине 8 cm. Изглед слике на дисплеју приказан је на (сл. 62 б)).

Потребно је обезбедити проводност материјала како се на његовој површини не би нагомилало наелектрисање (*charging*) под утицајем електронског снопа, што би у супротном узроковало загревање материјала. Уколико није испуњен овај услов, на узорак је потребно нанети танак слој електропроводног материјала. Ово се постиже напаривањем материјала златом или угљеником, у зависности од захтева анализе.



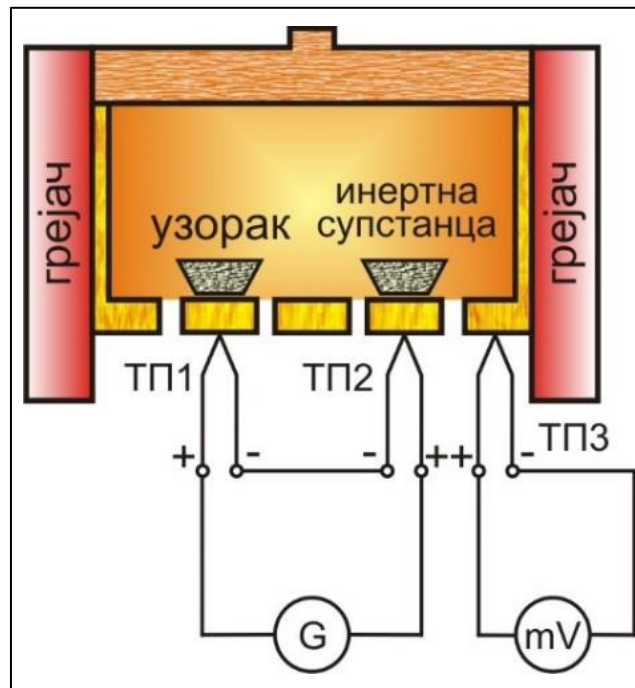
Сл. 62: а) слика SEM са шемом основних делова, модела: JEOL JSM-6610LV и б) приказ апликативног прозора „Oxford Instruments“ за снимање површине узорка

3.10 Диференцијално-термичка анализа (DTA)

При хемијским или структурним променама унутар материјала врши се апсорпција топлотне енергије (ендотермне промене) или њено ослобађање (егзотермне промене), а у неким случајевима долази и до промене масе полазног узорка. Мерењем промене температуре, односно тежине полазне легуре која се загрева или хлади по задатом режиму, могуће је доћи до информација о процесима праћеним топлотним ефектима и температурним опсезима у којима се ти процеси дешавају (топљење, очвршћавање, стакласти прелаз, кристализација аморфних или течних материјала, фазни прелаз и слично). У групу термичких метода убрајају се: Диференцијално - термичка анализа (DTA), диференцијална скенирајућа калориметрија („*differential scanning calorimetry*“ - DSC), термогравиметрија (TG), диференцијална термогравиметрија (DTG) и друге.

Одређени уређаји омогућавају истовремено испитивање узорака различитим методама, нпр. DTA, TG и DTG што омогућава доношење закључака о релацији температуре и структурних промена унутар испитиваног узорка легуре.

Данас се углавном користе уређаји који имају три мерне тачке температуре у које се постављају независни термопарови (термоелементи) којима се прецизно одређује температура. Једним мерним местом се прати промена температуре унутар коморе пећи, а друга два су повезана у опозицији, тако да инструмент мери разлику температуре (ΔT) узорка и инертне супстанце, (обично Al_2O_3) (сл. 63).



Сл. 63 Шематски приказ принципа рада уређаја за DTA.

Важно је напоменути да се комплетан процес одвија у атмосфери азота, хелијума или другог инертног гаса како би се спречила оксидација легуре. Такође потребно је пре коришћења уређаја исти калибрисати, односно снимити нулту (базну линију) уређаја која представља DTA криву без узорка у комори где се он поставља. Анализом DTA могуће је установити температуру почетка и завршетка настајања одређених структурних промена, достизања максималне вредности егзотермног или ендотермног пика. Ова метода служи као основа за даља истраживања структурних промена легура које се излажу температурним третманима у зависности од резултата добијених DTA анализом. Снимањем неколико карактеристика DTA анализом (термограма), при различитим брзинама загревања могуће је испитивати термичку стабилност легуре, која укључује одређивање привидне енергије активације (E_a) као и кинетике процеса кристализације. На основу добијених кинетичких триплета могуће је одредити и време живота поједине фазе у односу на процес кристализације.

Испитивање термичке стабилности (температуре почетка кристализације, као и кинетичких параметара из термограма) реализовано је у лабораторији Факултета за физичку хемију у Београду уређајем „TA SDT 2960“ којим су снимљени термограми за константне брзине загревања β од 5 K/min, 10 K/min и 20 K/min.

4. РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

4.1. Структурна анализа легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

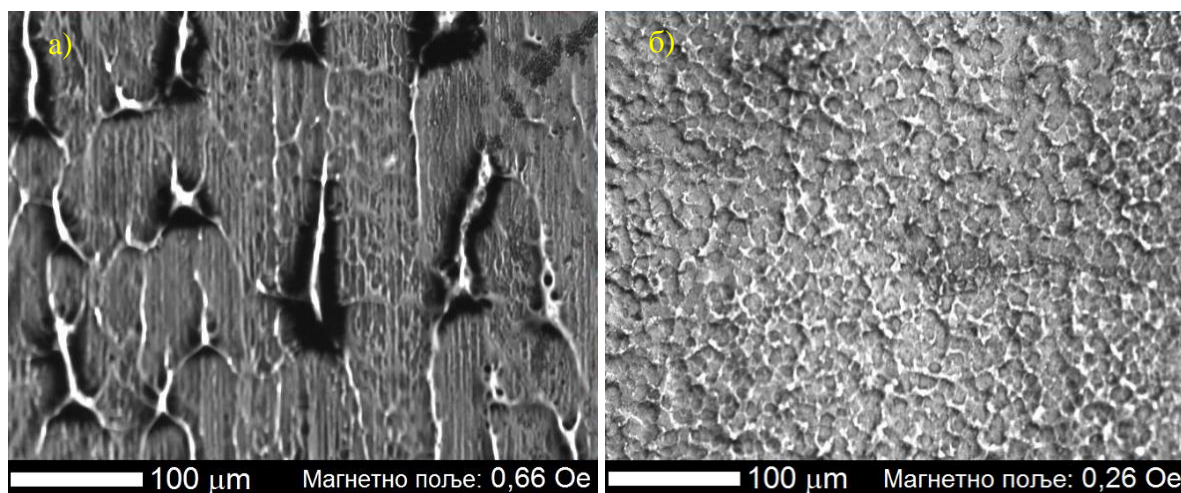
Структурном анализом добијени су подаци о фазном саставу легуре и микроструктурним трансформацијама. Најпре је урађена термичка анализа неизотермним загревањем легуре при различитим брзинама загревања, а на основу добијених резултата одређене су константне температуре на којима су узорци одгревани у заштићеној атмосфери у наредном кораку истраживања. Овако припремљеним узорцима испитиване су структурне промене на површини и унутрашњости различитим истраживачким методама. С тим у вези, праћени су процеси кристализације и рекристализације, као и појава или нестајање одређених кристалних фаза. На основу добијених резултата, извршена је анализа кинетике процеса кристализације, а након тога и корелација са магнетним својствима која су након тога анализирана.

4.1.1. Анализа површине легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

Структурне промене површине анализиране су са три различита микроскопа који раде на различитим принципима рада: МОКЕ, АФМ и SEM микроскоп.

4.1.1.1. Снимање површине МОКЕ микроскопом

Овим микроскопом добијене су јасне слике површине обе стране легуре. На сл. 64 приказан је снимак површине траке неодгреване легуре .

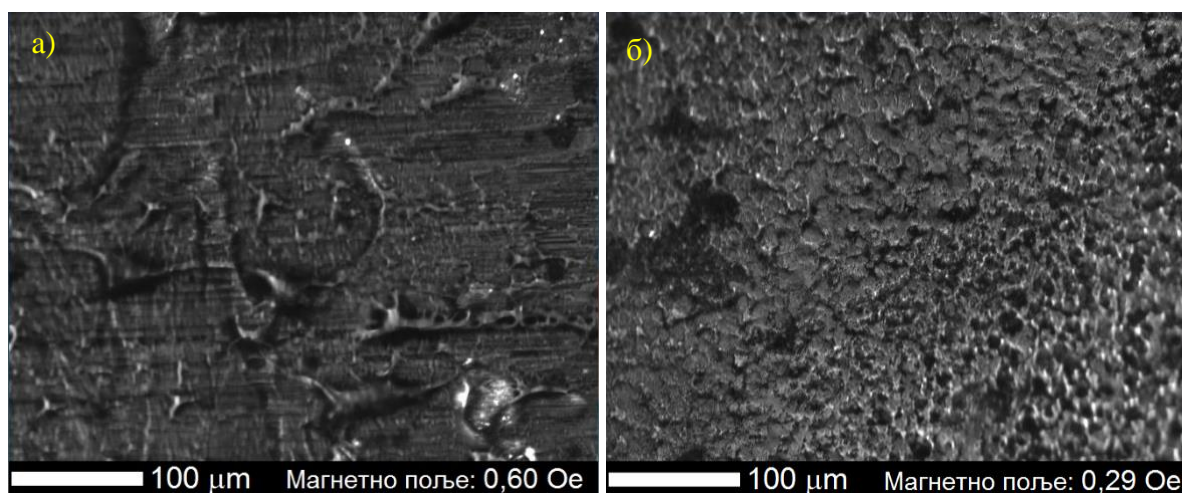


Сл. 64 Изглед површине неодгреване легуре снимљен МОКЕ микроскопом: а), сјајна страна за $H=0,66$ Ое, б) мат страна за $H=0,26$ Ое,

Уочена је разлика у изгледу доње стране траке која је била у контакту са површином диска и веће храпавости (*мат страна*) у односу на слободну страну (*горња страна траке*). Повећана храпавост је последица заробљавања гаса између растопа који очвршћава и диска који ротира великом брзином. Горња страна је сјајнија, јер она очвршћава готово без трења. Разлике у храпавости је могућа и до пет пута [42]. Набори на траци су усмерени у смеру ротирања диска, тј. у смеру извлачења траке. Такође, уочена је незнатна разлика резултата структурне анализе једне у односу на другу страну траке, јер страна где је контакт са диском брже очвршћава у односу на горњу страну. Ово је

изучавано методом дифракције рендгенског зрачења, а што ће бити касније приказано (сл. 74). Магнетна својства површине нису мерена, али је за овако добијене легуре својствено да су им различита магнетна и механичка својства једне у односу на другу страну површине. Са стране траке која је била уз диск, коерцитивно поље H_c у близини површине и заостало напрезање σ је веће у односу на слободну страну траке [42].

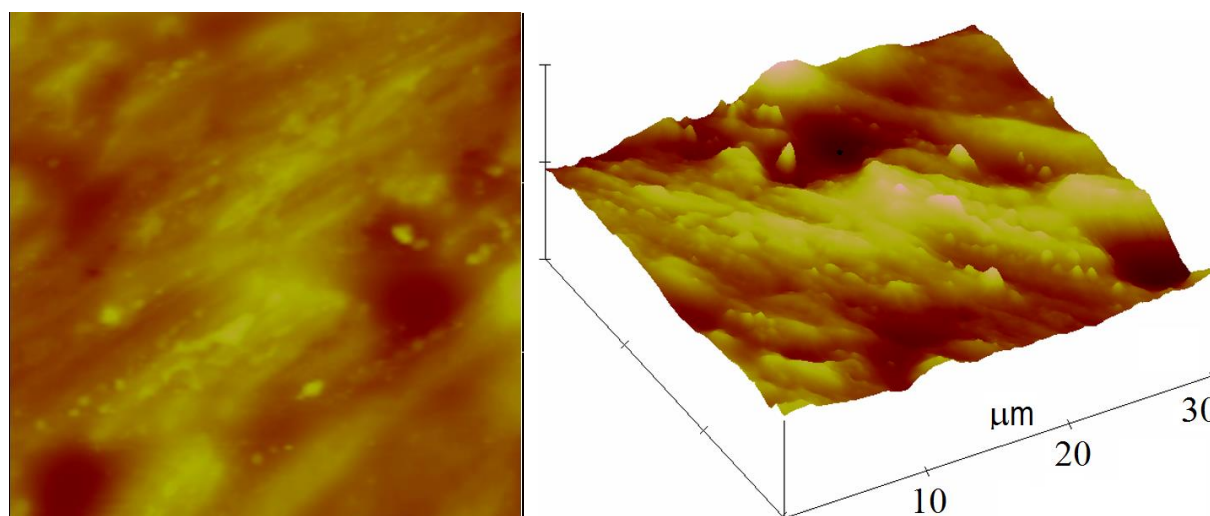
На сл. 65 приказане су обе стране траке легуре одгреване један сат на 773 К, где су наступиле структурне промене које ће бити коментарисане у наставку.



Сл. 65 Изглед површине легуре одгреване један сат на 773 К снимљен МОКЕ микроскопом: а) сјајна страна за $H=0,60$ Ое, б) мат страна за $H=0,29$ Ое,

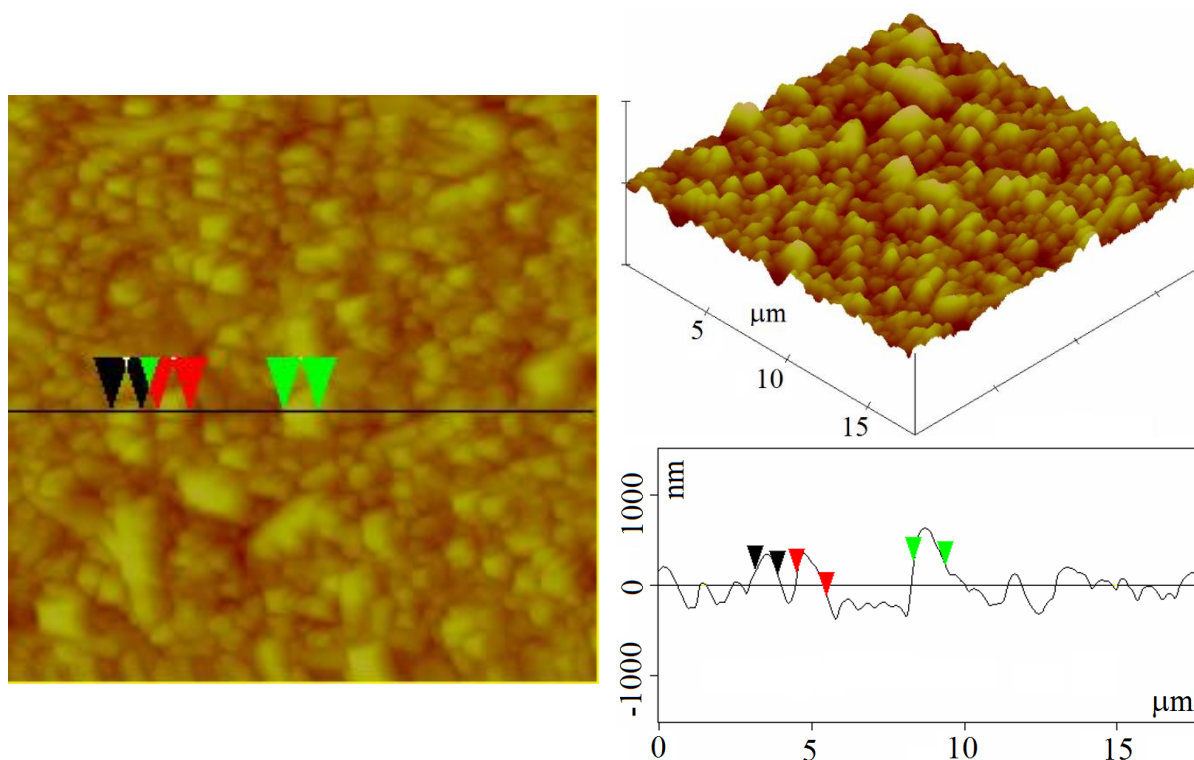
4.1.1.2. Испитивање површине узорка легуре микроскопом атомских сила

Микроскопом атомских сила је испитивана морфологија површине узорака, односно њена храпавост. На сл. 66 приказани су снимци неогреване легуре, где је површина знатно мање храпавости него након одгревања легуре.



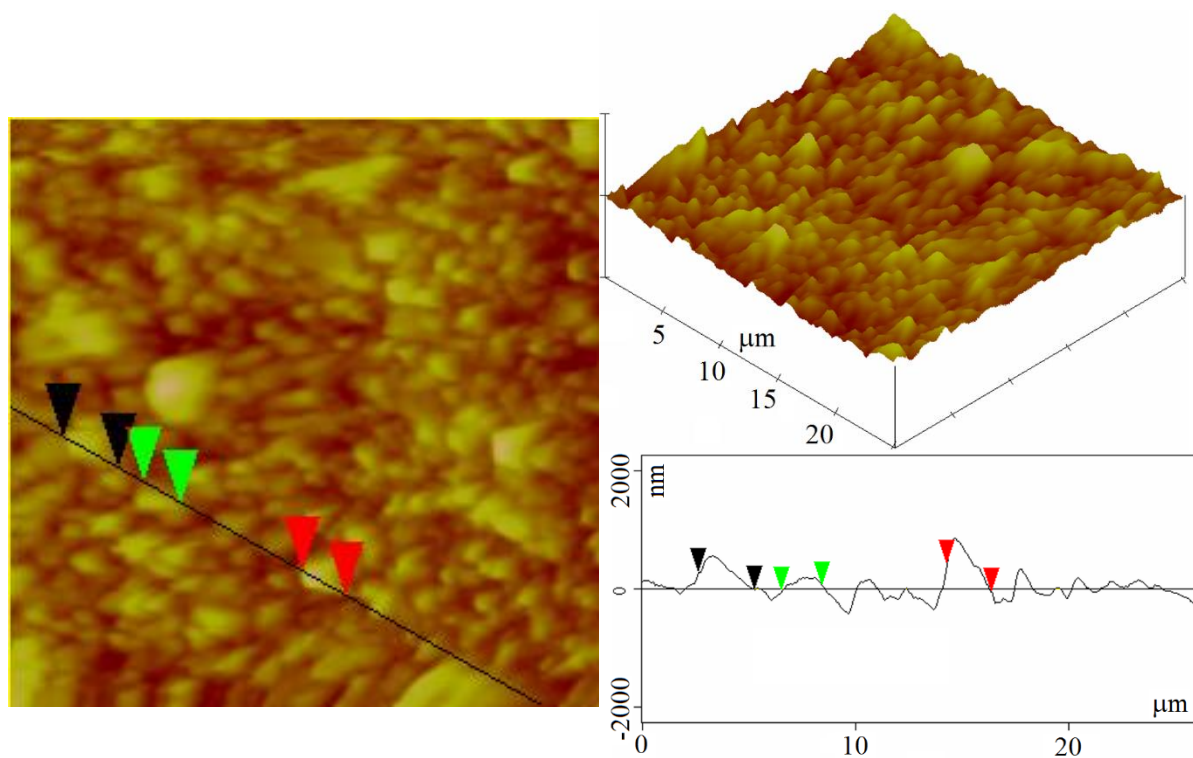
Сл. 66 МАС снимак неогреване легуре [145].

Ова анализа је урађена након извршене ДТА анализе (резултати су приказани у поглављу 4.2.3), на узорцима који су том методом термички третирани. Дакле, узорци су неизотермно грејани са три различите брзине: 5 K/min, 10 K/min и 20 K/min у температурном интервалу од 298 K до 1063 K (сл. 67 до сл. 69). У потпису слике наведени су подаци о димензијама снимљеног дела траке, као и податак о маркерима којим су обележена зрна на слици. Анализа храпавости је урађена за сегменте површине $100 \times 100 \mu\text{m}$, где средња вредност квадратног одступања (rms) износила 271 nm (за $\beta=20$ K/min) (сл. 67), 338 nm (за $\beta=10$ K/min) (сл. 68) и 400 nm (за $\beta=5$ K/min) (сл. 69). Добијени резултати су показали морфолошке промене легуре након термичког третмана, где је просечна храпавост већа код узорака на нижим брзинама грејања.

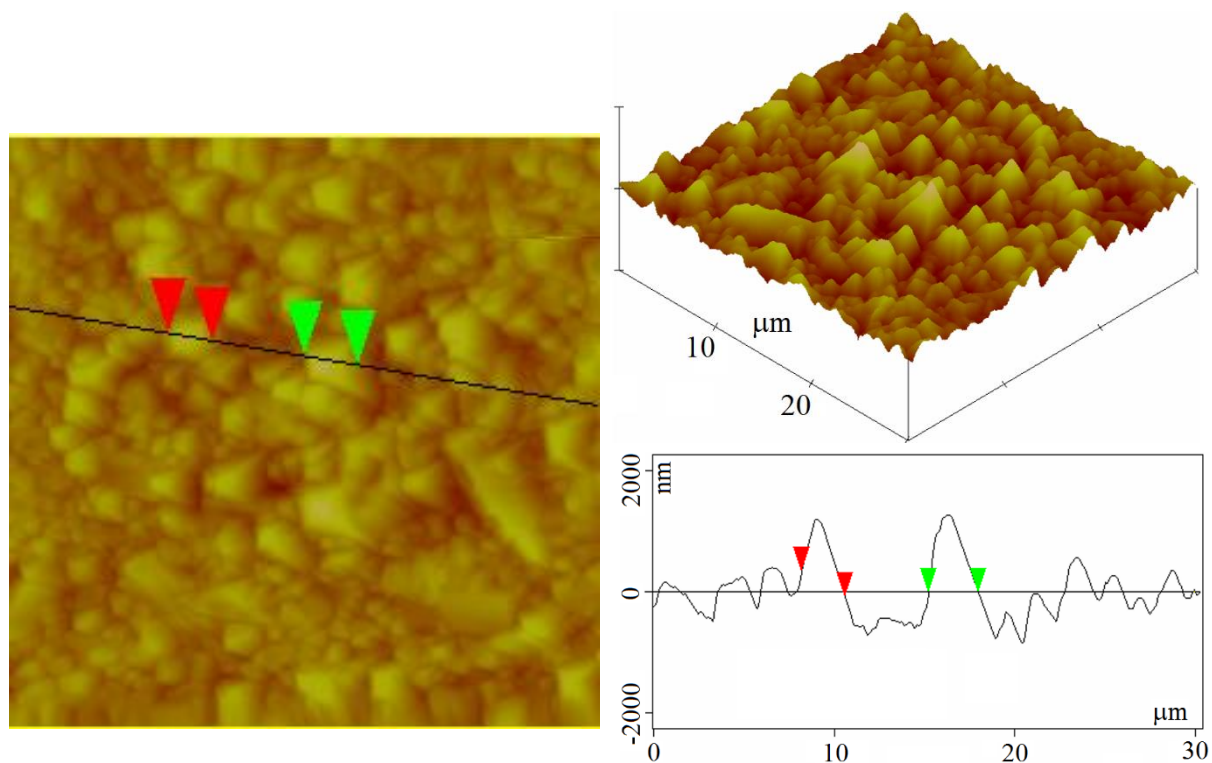


Сл. 67 МАС снимак легуре загреване брзином 20 Kmin^{-1} димензије $18 \mu\text{m} \times 18 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$, величина зрна означена маркерима је 973nm ; $1,043\mu\text{m}$ и 765nm [145].

Анализом величине зрна установљено је да је она неуједначена по целој површини и креће се у распону од 200 nm до 3 μm . На сл. 66 – сл. 69 приказани су резултати у 2-Д и на сл. 67 – сл. 69 у 3-Д приказу, као и анализа величине зрна по референтној дужини, где се јасно види да је неодревана легура изузетно мале храпавости, која се термичким третманима повећава у зависности од температуре и дужине одгревања [145]. Храпавост површине је битан податак који утиче на магнетна својства, што ће бити у наставку описано. Наиме, храпавост произведене легуре у доброј мери зависи од опреме за производњу легуре, зато је потребно да површина ротирајућег диска буде што мање храпавости.



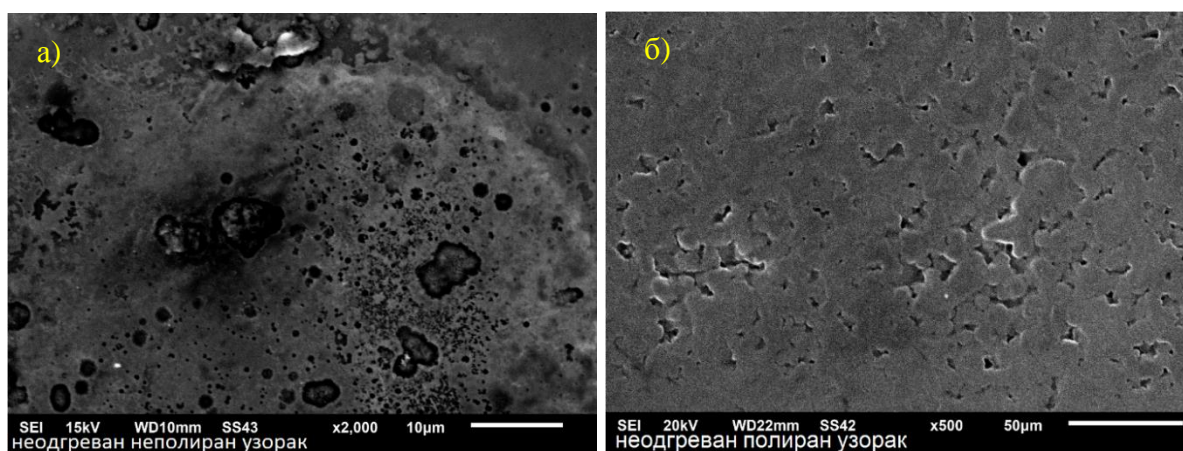
Сл. 68 МАС снимак легуре загреване брзином 10 Kmin^{-1} димензије $25 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m} \times 4,5 \mu\text{m}$, величина зрна означена маркерима је $2 \mu\text{m}, 6 \mu\text{m}$; $2 \mu\text{m}, 15 \mu\text{m}$ и $1,85 \mu\text{m}$ [145].



Сл. 69 МАС снимак легуре загреване брзином 5 Kmin^{-1} димензије $30 \mu\text{m} \times 30 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$, величина зрна означена маркерима је $2 \mu\text{m}, 3 \mu\text{m}$ и $2,7 \mu\text{m}$ [145].

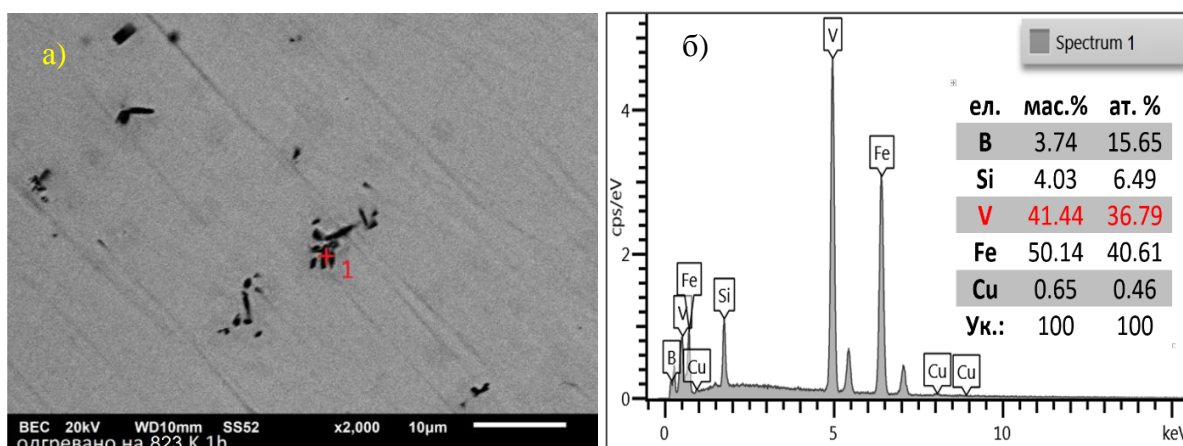
4.1.1.3 Испитивање узорка легуре скенирајућим електронским микроскопом

Елемент гвожђа (Fe) у кристалном облику изложен атмосферским утицајима подложен је оксидацији, где се у реакцији са кисеоником образују оксиди на површини, тј. јавља се корозија која временом продире дубље у материјал. Легуре на бази гвожђа у аморфном стању отпорније су на појаву корозије у односу на кристалне истог састава, али у случају појаве нанокристалних фаза, могућа је појава оксидације гвожђа. Код неодгреване легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$, XRD анализом (описано у поглављу 4.1.3), пронађене су нанокристалне фазе гвожђа у аморфној матрици. Тиме се објашњава површинска корозија легуре (сл. 70 а)), која је потврђена EDS анализом тамнијих мрља на сл. 70 а), где је детектовано присуство кисеоника у односу $Fe/O = 0,67$ [145]. Корозија је обухватила поједина места танког површинског слоја, која је отклоњена механичким полирањем брусним папиром састава силицијум карбида, гранулације P2000 (полиран узорак сл. 70 б)).



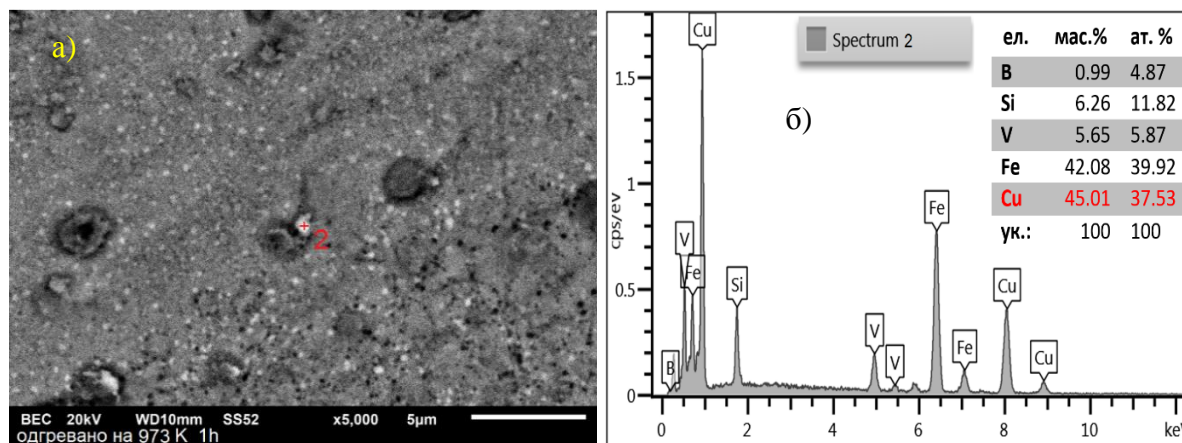
Сл. 70 SEM снимци неодгреване легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$: а) неполиран узорак и б) полиран узорак [145].

DTA анализом (описано у поглављу 4.1.2), загревањем легуре до 820 К завршава се први кристализациони процес легуре (за $\beta = 20$ K/min), односно 780 К (за $\beta = 5$ K/min). С тим у вези EDS анализом код узорка одгреваног на температури од 823 К, идентификовани су региони који су богати ванадијумом (сл. 71), што сугерише на постојање ванадијумових фаза.



Сл. 71 SEM снимак легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ одгреване на 823 К: а) снимак површине увећањем $\times 2000$ и б) EDS спектар са приказаним масеним и атомским уделима појединих хемијских елемената, spectrum 1.

Ванадијумове фазе су потврђене Месбауровом спектроскопијом (описано у поглављу 4.1.4), где је овом методом установљено постојање кристалне фазе типа $L21 - Fe_{2+x}V_{1-x}Si$ ($x = 0 - 1$). На сли сл.71 а), приказан је се SEM снимак легуре одгреване на 823 К. Због мале заступљености бакра у легури (1 %), овај елемент је тек након њеног одгревања на 973 К, EDS анализом уочен у већој концентрацији и то на појединим местима белих мрља (*spectrum 2* сл. 72.).



Сл. 72 SEM снимак легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ одгреване један сат на 973 К: а) снимак површине увећањем $\times 5000$ и б) EDS спектар са приказаним масеним и атомским уделитема појединих хемијских елемената, *spectrum 2*.

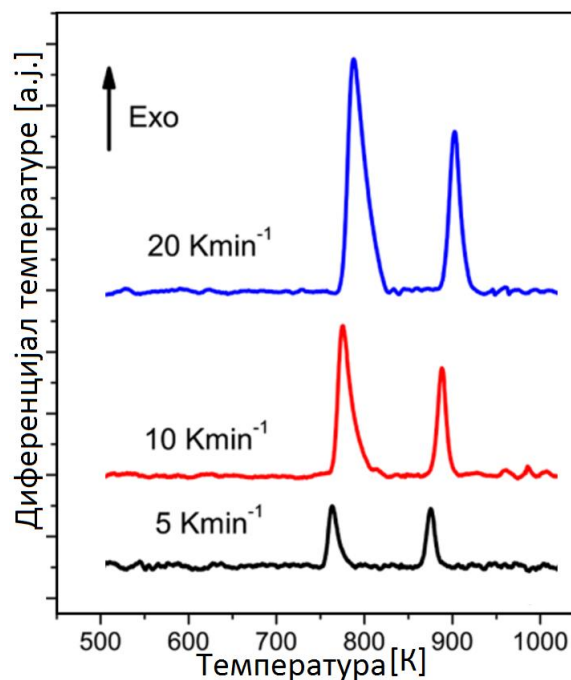
На почетку кристализације, атоми Cu се први издвајају и формирају кластере, где је мањи садржај Cu него код ϵ -Cu фазе. Уочене веће концентрације Cu у легури одгреваној један сат на 973 К (сл. 72) сугерише да се одгревањем повећао садржај Cu у кластерима у довољној мери да је формирано кристално зрно Cu [4, 146]. Досадашњим истраживањима, установљено је да су кластери Cu у аморфној матрици су у функцији центара нуклеације α -Fe(Si) фазе приликом процеса кристализације [2]. SEM анализом установљено је да је на појединим тачкама присутна већа концентрација елемената V или Cu, што указује да ови елементи нису равномерно распоређени у легури, већ да се ове фазе у њој местимично појављују.

4.1.2. Диференцијална термичка анализа узорка легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

DTA криве (термограми) легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ снимљене су неизотермним загревањем брзинама од: 5 K/min, 10 K/min и 20 K/min (сл. 72). Анализом резултата уочено је да се изнад температуре 740 К нарушава термичка стабилност и почињу структурне трансформације, које се манифестују као два егзотермна пика (два одвојена кристализациона процеса). Први процес је у интервалу од 740 К до 820 К, а други представља рекристализацију у интервалу 870 К до 930 К (подаци за $\beta = 20$ K/min). За сваку брзину ови пикови су различитог интензитета и времена трајања, тако да је за $\beta = 5$ K/min у интервалу од 750 К до 780 К, а други од 875 К до 900 К. Такође се уочава да су егзотермни пикови несиметрични, што указује на сложеност процеса кристализације. Уочено је померање максимума у односу на повећавање брзине загревања легуре, што је последица термичке активације кристализације.

Снимљени термограми у зависности од брзине загревања послужили су за даља испитивања структурних промена и кинетичку анализу кристализације. У том циљу,

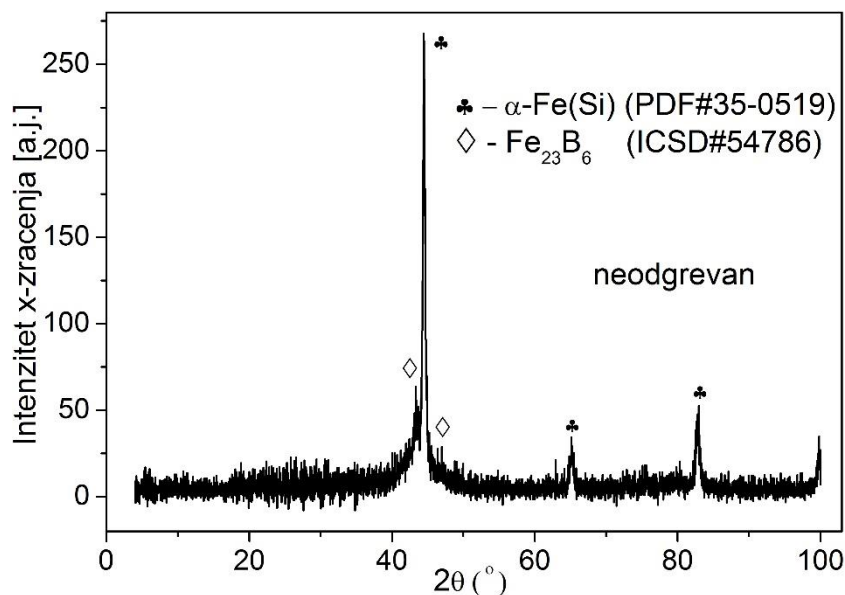
узорци дужина до 5 cm су одгревани у атмосфери азота један сат на различитим температурама. Узорци након термичког третмана су даље испитивани различитим методама структурне анализе.



Сл. 72 ДТА криве легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ за брзине 5 K/min, 10 K/min и 20 K/min [145].

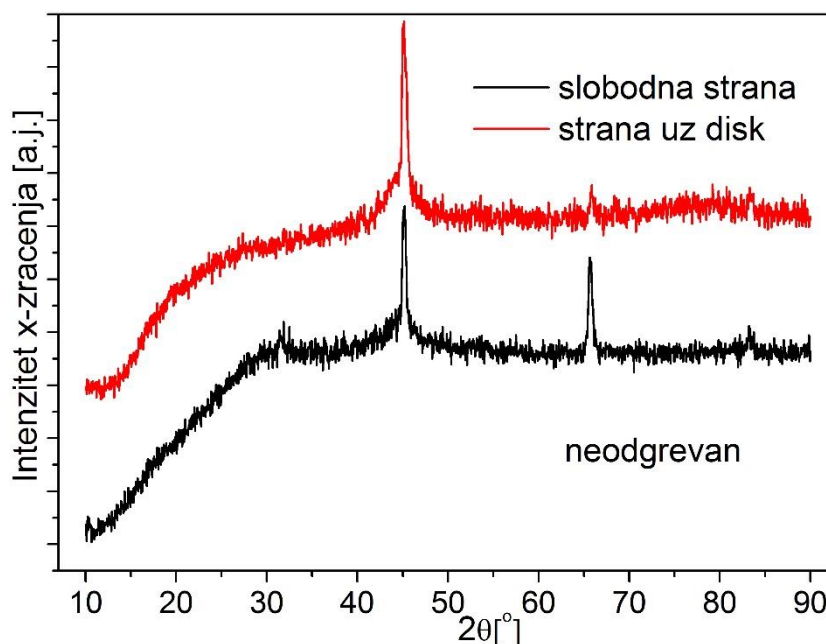
4.1.3. XRD анализа узорка легуре

На дифрактограму неогреване $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ легуре при углу $2\theta = 45^\circ$, уочен је оштар и јасно дефинисани пик који је суперпониран са хало пиком који је у интервалу $2\theta = 40^\circ - 50^\circ$, што указује да су у легури присутне и кристална и аморфна фаза (сл. 73) [145]. На основу дифрактограма, идентификоване су две нанокристалне фазе: α -Fe(Si) (PDF#35-0519) и $Fe_{23}B_6$ (ICSD#54786) (сл. 73).



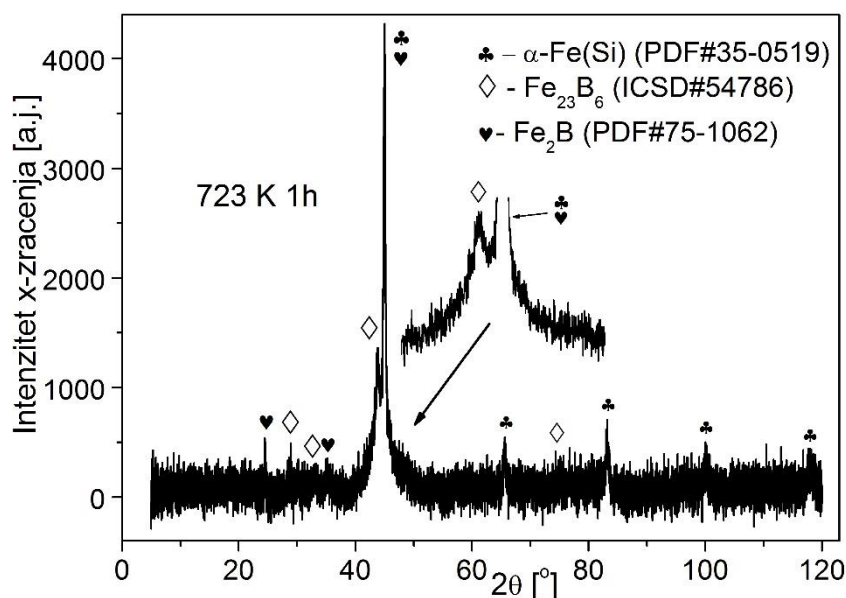
Сл. 73 XRD анализа неогреване легуре [145]

Због технологије израде траке, страна траке уз диск (мат страна) брже очврсне у односу на слободну страну (сјајнија страна), што се одражава у виду различитих својства једне у односу на другу страну траке. На сл. 74 јасно се види разлика у интензитетима пикова при истим 2θ рефлексијама која означавају присуство $\alpha\text{Fe}(\text{Si})$ фазе.



Сл. 74 XRD анализе различитих страна неодгреване траке

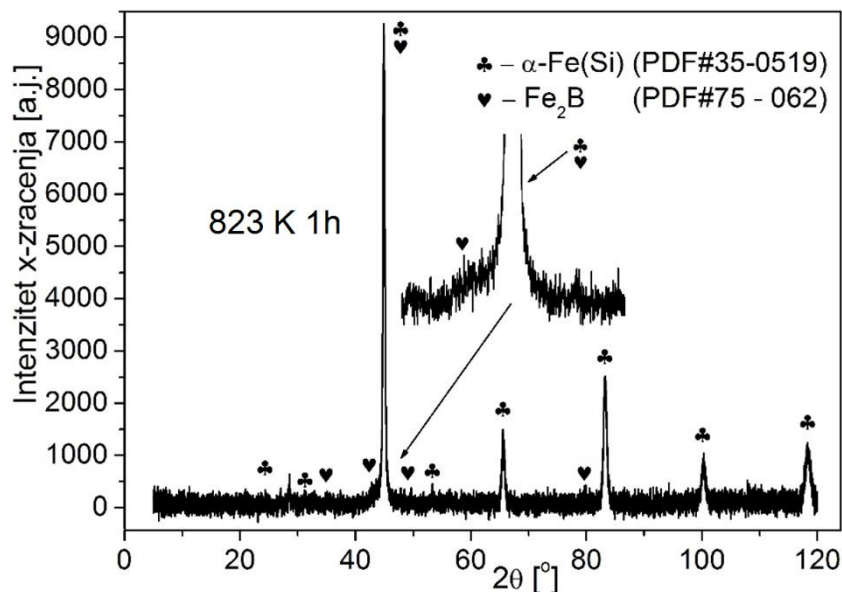
Одгревањем легуре долази до структурних промена, где се из аморфне фазе издвајају нови кристалини $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ фазе, док се метастабилна фаза Fe_{23}B_6 трансформише у стабилну Fe_2B (PDF#75-1062). На дифрактограму за легуру одгревану на 723 K у трајању од 1 сат, идентификоване су три кристалне фазе ($\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$, Fe_{23}B_6 и Fe_2B) (сл. 75).



Сл. 75 XRD анализе легуре одгреване на 723 K у трајању од 1 сат

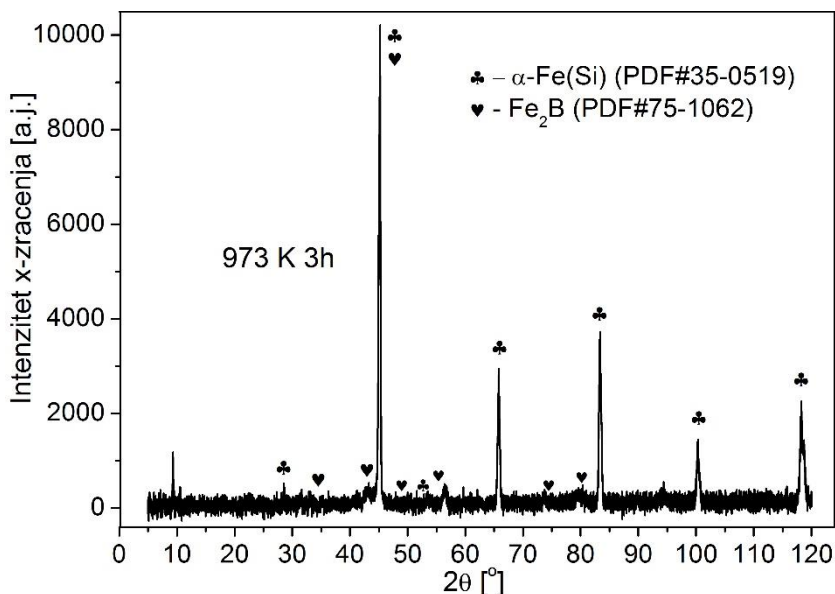
Даљим одгревањем дошло је до комплетне трансформације аморфне у кристалну фазу, као и трансформације фазе Fe_{23}B_6 у фазу Fe_2B , тако да су на дифрактограму за легуру одгревану на 823 K у трајању од један сат идентификоване само две фазе ($\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$, Fe_2B)

(сл 76.). На истој слици уочавају се изразито оштри пикови што сугерише на присуство само кристалних фаза, тј. дошло је до скоро потпуне трансформације аморфне у кристалну фазу.



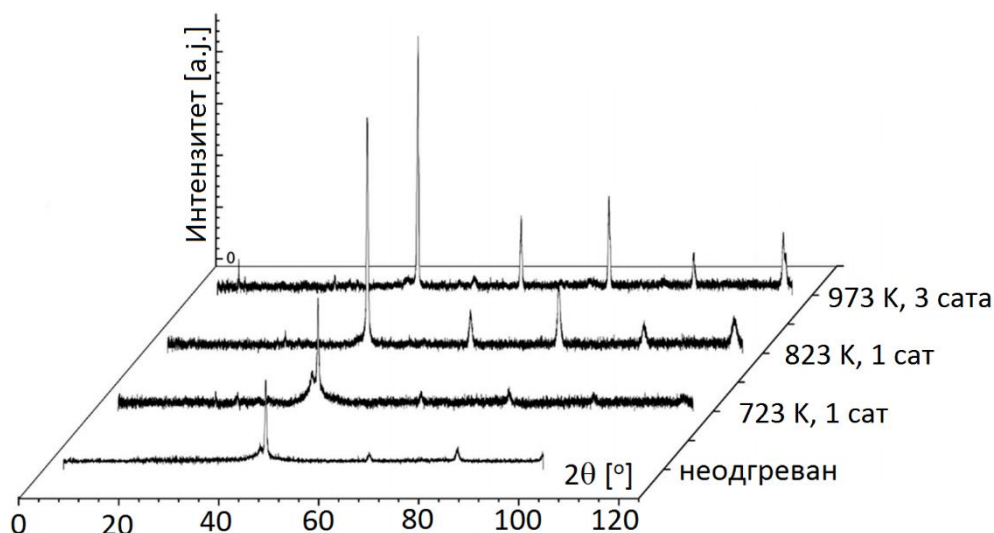
Сл. 76 XRD анализе легуре одгреване на 823 К у трајању од 1 сат

Због анализе кристалizacionих процеса, легура је одгревана и на 973 К у трајању од један сат и три сата. На сл. 77 приказан је дифрактограм легуре одгреване на 973 К у трајању од три сата где су идентификоване и даље само две фазе и то: $\alpha Fe(Si)$ – 91,6 % и Fe_2B – 8,4 %. Пикови су видљиво јачег интензитета у односу на узорке одгреване при нижим температурама, што је последица раста кристала.



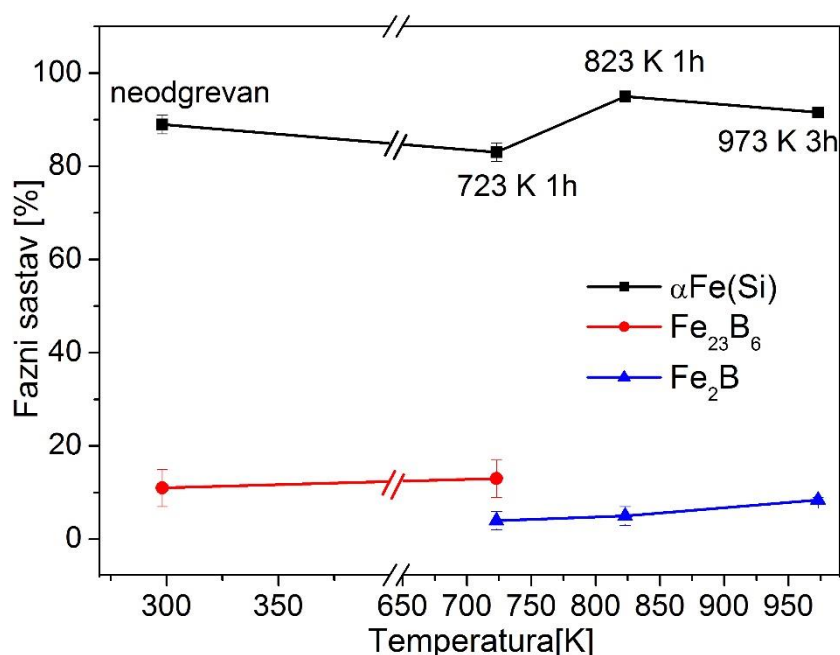
Сл. 77 XRD анализе легуре одгреване на 973 К у трајању од 3 сата

Ради поређења и лакшег сагледавања напредовања кристалizacionих процеса, генерисан је 3-Д дијаграм са узорцима одгреваним на различитим температурама (сл. 78). На дијаграму се јасно види да је интензитет дифракционих пикова израженији са повећањем температуре и времена одгревања легуре.



Сл. 78 Збирни 3-Д приказ XRD анализе неодгрејане легуре и узорка легуре одгрејаних на температурама: 723 K 1h, 823 K 1h и 973 K 3h

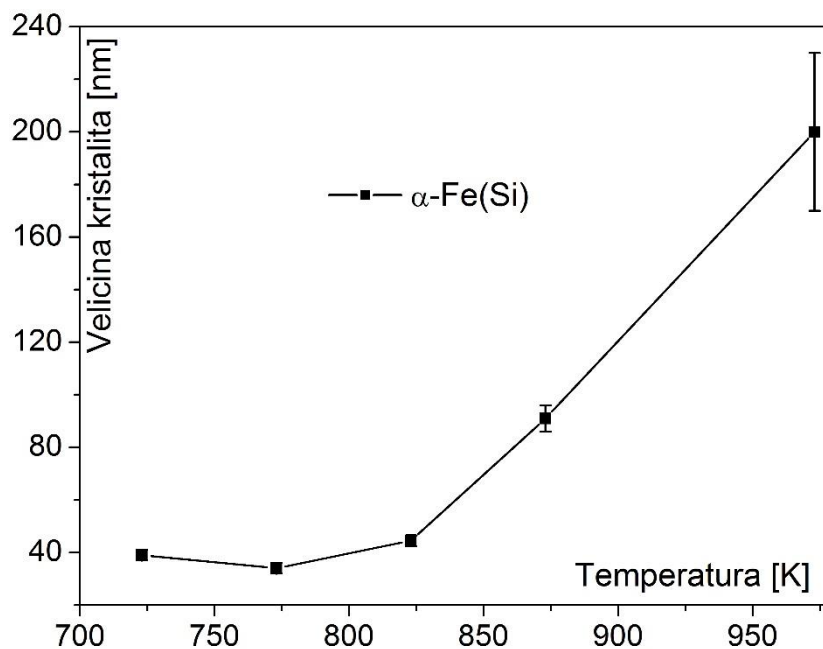
На сл. 79 је дијаграм на коме је приказан удео појединачних кристалних фаза у односу на укупну количину идентификованих кристалних фаза у узорку, што на прегледан начин приказује кристализационе процесе индуковане одгревањем.



Сл. 79 Вредности масеног удела појединих кристалних фаза неодгрејане легуре $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ и одгрејане на температурама: 723 K 1h, 823 K 1h и 973 K 3h у односу на укупну количину кристалних фаза [145].

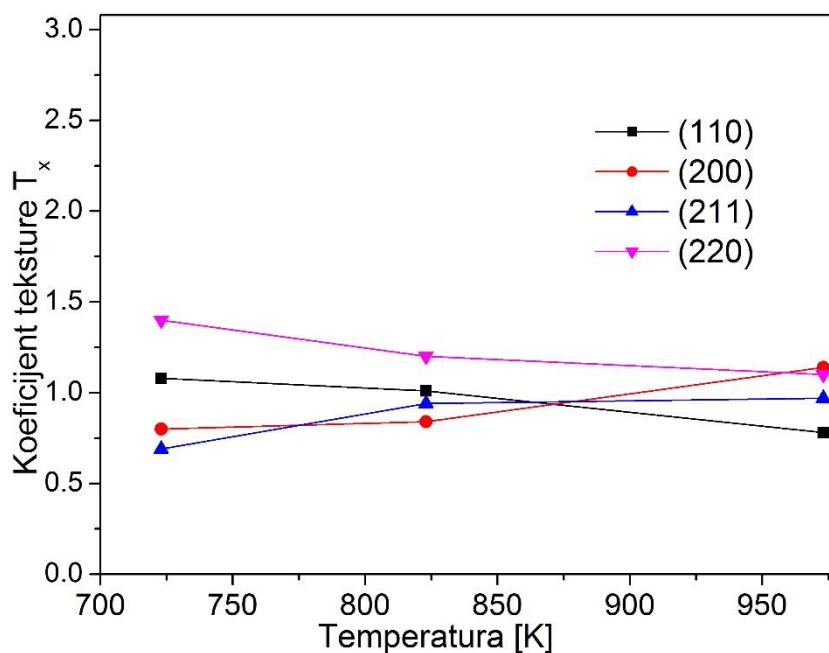
Применом Вилијамсон-Холове методе (коришћењем једначине 32), добијени су подаци о просечној величини кристалита $\alpha\text{-Fe(Si)}$ фазе за неодгревану легуру и узорке легуре $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ одгреване на различитим температурама, што је приказано на дијаграму на сл. 80. Анализа је вршена на узорцима одгреваним по 1 сат, изузев узорка одгреваног на температури од 973 K, где је узорак одгреван три сата. У неодгреваној легури, кристалити $\alpha\text{-Fe(Si)}$ фазе просечне величине су око 40 nm. Код узорка одгреваних до

температуре од 773 К уочено је да нема битнијих промена у величини кристалита. Нагли пораст просечне величине кристалита примећен је при температурама одгревања изнад 823 К.



Сл. 80 Величина кристалита α -Fe(Si) фазе легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ у зависности од температуре одгревања на температурама: 723 К 1h, 773 К 1h, 823 К 1h, 873 К 1h и 973 К 3h [145].

Анализом вредности коефицијента текстуре T_x (коришћењем једначине 33) на узорцима одгрејаним на температурама 723 К 1h, 873 К 1h и 973 К 3h, уочено је да термички индуковане структурне трансформације не доводе до преферентне оријентација кристалографских равни. (сл. 81).



Сл. 81 Коефицијент текстуре α -Fe(Si) фазе легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ на температурама: 723 К 1h, 873 К 1h и 973 К 3h [145].

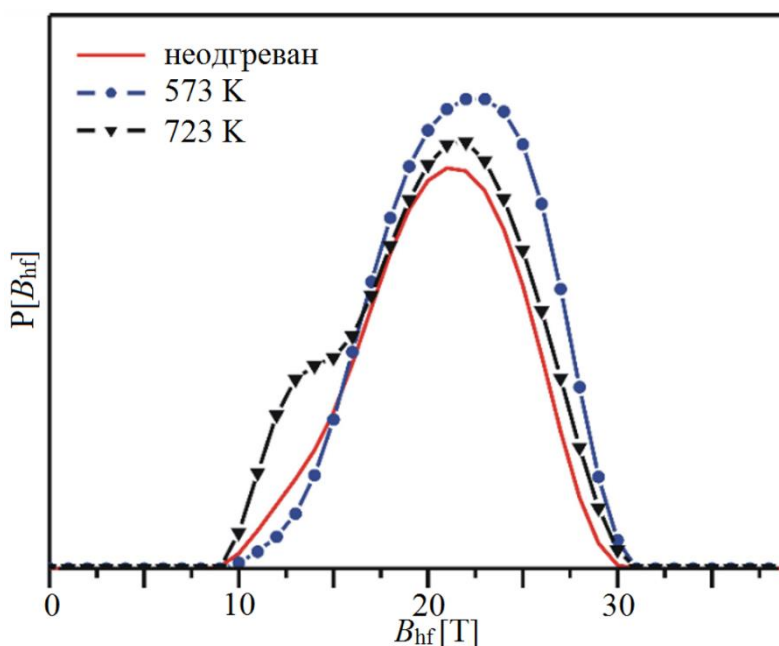
4.1.4. Месбауерова спектроскопија узорака легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

Месбауерова спектроскопија као експериментална метода са високом енергетском резолуцијом (реда величине 10^{-12}) је веома осетљива за откривање присуства фаза које садрже гвожђе и коришћена је као метода која је комплементарна XRD анализи. У узорцима који су делимично кристализовали, идентификован је аморфни подспектар, чији су Месбауерови параметри приказани у табели I Дистрибуција хиперфиног магнетног поља $P(B_{hf})$ аморфне фазе у зависности од температуре одгревања приказана је на сл. 82.

Табела I Месбауерови (МБ) параметри аморфног дела траке састава $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

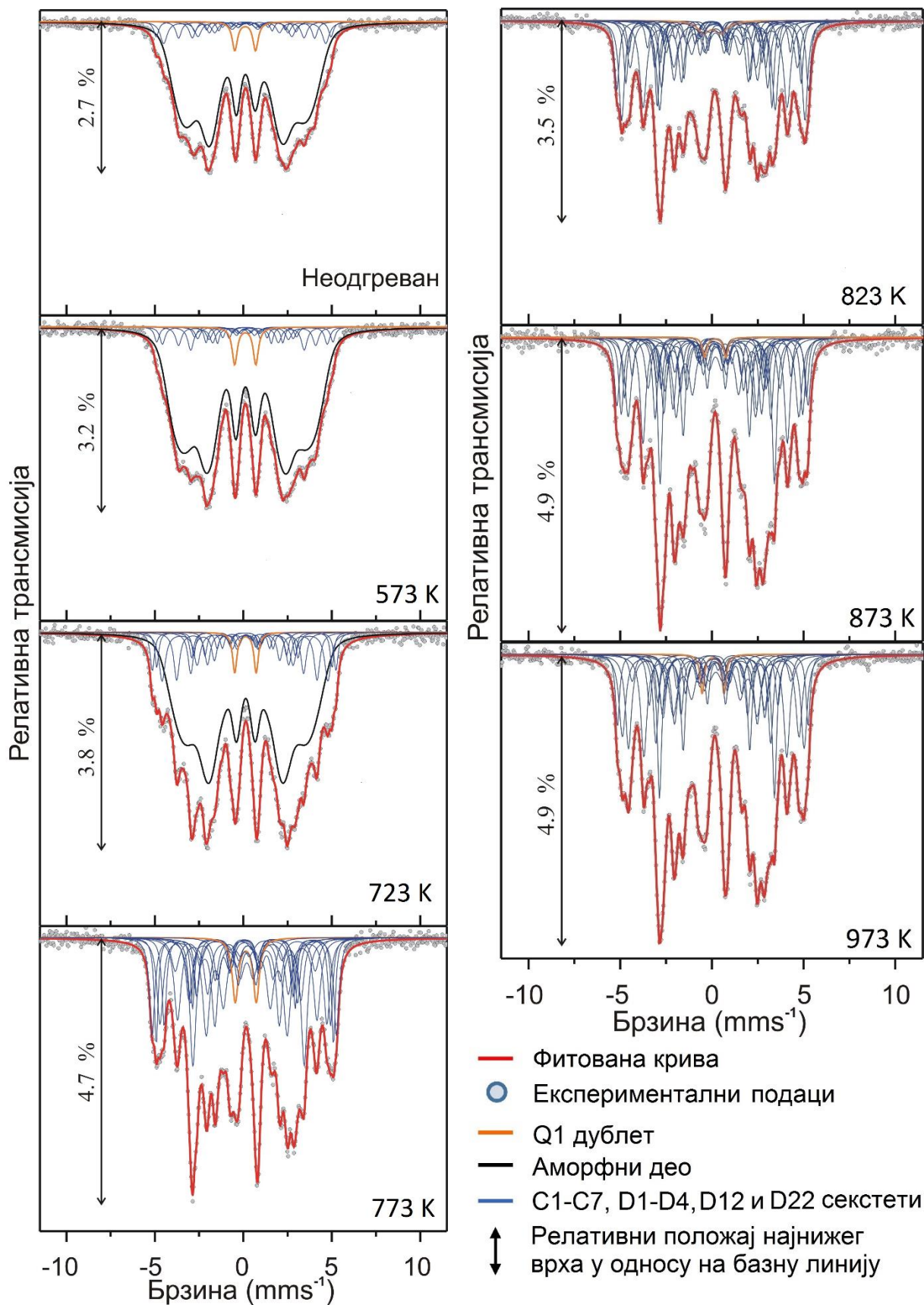
	Параметри расподеле хиперфиног магнетног поља				
	$\langle B_{hf} \rangle$ (Т)	σ (Т)	$\langle \delta \rangle$ (mms^{-1})	2ε (mms^{-1})	A (%)
неодгреван	20.6	4.0	0.12(4)	-0.02(1)	78.4(4.6)
одгреван на 573 К	21.6	3.9	0.12(3)	-0.026(8)	80.1(3.6)
одгреван на 723 К	20.3	4.5	0.14(3)	0.00(1)	64.5(2.2)

Где су: $\langle B_{hf} \rangle$ - усредњено хиперфино магнетно поље, σ - стандардна девијација расподеле хиперфиног магнетног поља, $\langle \delta \rangle$ - усредњени изомерни помак, ε - квадруполни помак, A - релативна површина аморфног подспектра.



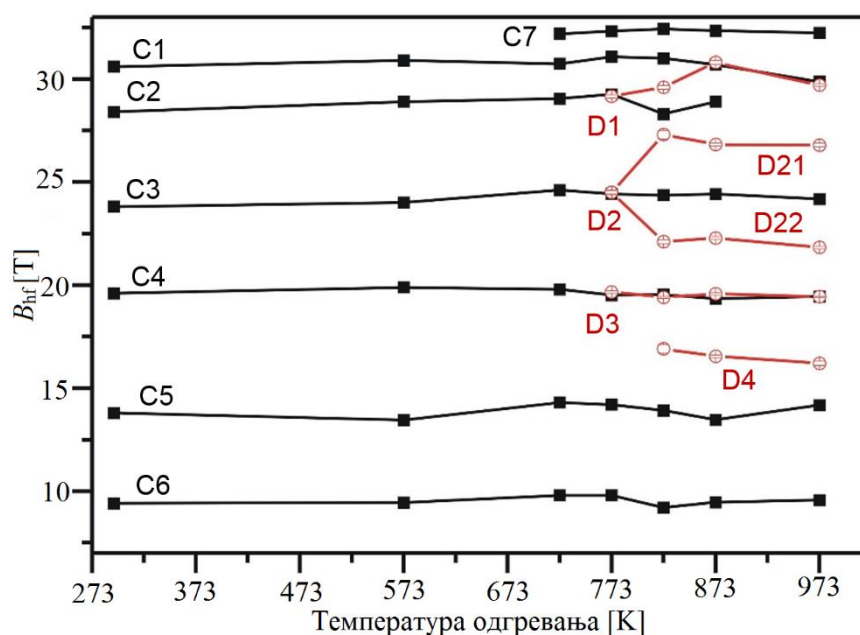
Сл. 82 Расподела хиперфиног магнетног поља $P(B_{hf})$ аморфног дела неодгреване легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ и одгреване на температурама 573 К и 723 К.

На сл. 83 аморфни подспектар је обележен црном, магнетни кристални подспектри обележени су плавом, а немагнетни кристални подспектар наранџастом бојом. Примећено је да су одређени кристални подспектри увек присутни у узорцима без обзира на различите температурне третмане узорака и назвали смо их „непроменљиви“. Одређени кристални подспектри се јављају при одређеним температурама одгревања, као последица индукованих структурних промена и њих смо назвали „додатни“.



Сл. 83 Месбауерови спектри легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ снимљени на собној температури за неодгреван и одгреване узорке.

Промена „непроменљивих“ и „додатних“ кристалних компоненти у зависности од температуре одгревања, приказани су на сл. 84 црном и црвеном бојом, редом. Компоненте D21 и D22 настале су из „додатне“ компоненте D2. Месбауерови спектри показују да на температури одгревања од 773 К и више долази до комплетне трансформације аморфног дела у кристални. За аморфни део, поједини аутори су открили да расподела хиперфиног поља показује бимодално понашање, где је главни пик са већим интензитетом, а други пик са нижим интензитетом магнетног поља [147]. Иако постоји разлика у литералним изворима, у појединим је претпостављено да мање магнетно поље потиче од атома Fe које је окружено атомима Cu, и V и металоидним елементом (M).



Сл. 84 Вредности хиперфиног магнетног поља кристалних компоненти у зависности од температуре одгревања легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$. „Непроменљиве“ компоненте су обележене црном, а „додатне“ црвеном бојом. Линије које су приказане су само ради боље прегледности, односно лакшег уочавања појединачних компоненти.

Месбауерови параметри за кристални део испитиваних узорка приказани су у табелама II-IV. Шест магнетних (узорци одгревани до 573 К), односно седам магнетних (узорци одгревани на 723 К и више) компоненти и једна немагнетна компонента могу се пронаћи у свим испитиваним узорцима без обзира на термички третман, и њих смо назвали „непроменљиве“ (C1 - C7, Q1 у табелама II - IV). У узорцима одгреваним преко 723 К, укључење аморфног подспектра у процедуру обраде експерименталних података није дало добре резултате. Уместо тога уочени су нови Месбауерови кристални подспектри, тј. „додатне“ кристалне компоненте (означено са D1 - D4, D21 и D22 у табелама III и IV).

Промена хемијског састава аморфне матрице током процеса кристализације, која се индукује одгревањем, одражава се и на промену усредњене вредности хиперфиног магнетног поља $\langle B_{hf} \rangle$ [148]. Из табеле II види се да се код узорка одгреваног на температури од 573 К ова вредност повећала, због повећања густине аморфне фазе услед смањења слободне запремине [149-151]. Даљим повећањем температуре (723 К), вредност $\langle B_{hf} \rangle$ опада услед смањивања количине гвожђа у аморфној матрици, јер је наступио процес кристализације (што је потврђено кроз ДТА и XRD анализу).

Таб. II Месбауерови (МБ) параметри кристалног удела траке $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ за неогреван узорак и узорке одгреване на 573 К и 723 К

		Месбауерове кристалне компоненте							
	МБ пар.	C7	C1	C2	C3	C4	C5	C6	Q1
неогреван	B_{hf} (Т)		30.6(1)	28.4(1)	23.8(1)	19.6(1)	13.8(2)	9.4(1)	
	$2\varepsilon / \Delta$ (mms ⁻¹)		-0.11(3)	-0.01(2)	-0.12(4)	0.06(4)	0.04(4)	-0.01(4)	1.17(2)
	A (%)		2.8(0.6)	5.8(2.2)	3.5(1.6)	3.8(1.5)	1.3(0.4)	1.4(0.3)	3.0(0.2)
	δ (mms ⁻¹)		0.07(1)	0.09(2)	0.25(2)	0.24(2)	0.14(2)	0.13(2)	0.11(1)
	Γ (mms ⁻¹)		0.32(5)	0.48(9)	0.37(9)	0.42(9)	0.27	0.27	0.36(3)
573 К	B_{hf} (Т)		30.9(1)	28.9(1)	24.0(1)	19.89(8)	13.45(9)	9.44(8)	
	$2\varepsilon / \Delta$ (mms ⁻¹)		-0.04(3)	-0.03(2)	-0.09(4)	0.11(3)	-0.03(3)	-0.03(3)	1.20(2)
	A (%)		2.2(0.6)	2.9(1.3)	3.4(1.5)	4.3(1.4)	2.0(0.3)	2.0(0.2)	3.1(0.2)
	δ (mms ⁻¹)		0.11(1)	0.10(1)	0.26(2)	0.18(1)	0.08(1)	0.07(3)	0.110(9)
	Γ (mms ⁻¹)		0.31(6)	0.36(8)	0.40(9)	0.40(8)	0.27	0.27	0.35(2)
723 К	B_{hf} (Т)	32.19(7)	30.73(7)	29.05(9)	24.61(5)	19.79(7)	14.30(8)	9.8(1)	
	$2\varepsilon / \Delta$ (mms ⁻¹)	-0.04(2)	-0.01(1)	-0.01(1)	-0.07(2)	0.01(2)	-0.01(2)	-0.02(3)	1.21(2)
	A (%)	4.3(0.6)	3.5(1.0)	8.3(2.1)	7.1(1.5)	5.8(1.5)	2.5(0.4)	1.7(0.3)	2.3(0.2)
	δ (mms ⁻¹)	0.068(8)	0.064(7)	0.098(7)	0.24(1)	0.22(1)	0.15(1)	0.11(2)	0.12(1)
	Γ (mms ⁻¹)	0.28(3)	0.25(5)	0.44(6)	0.38(4)	0.37(5)	0.27	0.27	0.30(2)
Могуће фазе		Могуће локално окружење атома гвожђа (Fe)							
A2	R8	R7	R6	R5	R4				
D0 ₃	A8+D	A7	A6	A5	A4	A3-слично			
B2	B8	B7	B6	B5	B4	B3-слично			
L2 ₁		Fe(8)-слично				Fe(4)-слично	Fe(3)-слично	Fe(2)-слично	
									Агрегати растворених атома
Fe ₂ B (за 723 К)				Fe ₂ B-сл.					
Fe ₂₃ B ₆	Fe ₂₃ B ₆ -слично	Fe ₂₃ B ₆ -слично	Fe ₂₃ B ₆ -слично	Fe ₂₃ B ₆ -слично	Fe ₂₃ B ₆ -слично	Fe ₂₃ B ₆ -слично	Fe ₂₃ B ₆ -слично		

Где су (важи и за табеле II, III и IV): B_{hf} - хиперфино магнетно поље, δ - изомерни помак, Δ - квадруполно цепање у случају чисте квадруполне интеракције, ε - квадруполни помак за комбиновану јаку магнетну и слабу електричну интеракцију, Γ - пуна ширина на половини висине Лоренцове криве (*Full Width at Half Maximum*) у случају секстета састављеног од 6 идентичних Лоренцових кривих, A - релативна површина кристалног подспектра.

У поређењу са Гаусовом расподелом, пикови добијених расподела су више заобљени. Код неогреваног узорка и узорка одгреваног на температури од 573 К, расподела има приближно унимодалну тенденцију (један локални максимум, односно један пик), са такозваним малим „репом“ ка мањим вредностима хиперфиног магнетног поља. Приближно унимодална расподела указује на велику хомогеност аморфног дела легуре [152]. Овај тренд се губи код узорка одгреваног температуром од 723 К, где се поред

главног пика појављује „раме“ на мањим вредностима хиперфиног магнетног поља, које се повезује са Fe атомима окруженим већим бројем најближих атома Cu, V, Si и B.

У делу Fe-Si фазног система богатим гвожђем, се могу појавити три различита структурна типа Fe-Si кристалних фаза (A2, B2 и D0₃). Анализом Месбауерових спектра легуре Fe₇₂Si₁₅B₈V₄Cu₁ облика траке, идентификоване су Месбауерове компоненте које могу одговарати A2-bcc неуређеној структури која одговара фази bcc-Fe(Si), идентификованој XRD анализом. Даље, идентификоване су и Месбауерове компоненте које могу одговарати и суперструктури D0₃, која није пронађена XRD анализом, јер су те линије јако слабе и тешко их је идентификовати [146, 153]. Такође, структурни фактор атома (атомски фактор расејања) за Fe и V су мале разлике [154, 155], тако да је тешко разликовати ове атоме у фази bcc-Fe(Si) детектованој XRD анализом.

Таб. III Месбауерови (МБ) параметри кристалног удела легуре Fe₇₂Cu₁V₄Si₁₅B₈ за узорак одгреван на 773 К

		Месбауерови кристални подспектри										
	МБ пар.	C7	C1	C2	C3	C4	C5	C6	D1	D2	D3	Q1
773 К	B_{hf} (Т)	32.32(7)	31.08(7)	29.26(9)	24.43(5)	19.52(4)	14.20(4)	9.8(1)	29.16(8)	24.5(1)	19.62(6)	
	$2\varepsilon/\Delta$ (mms ⁻¹)	0.01(1)	0.05(1)	-0.08(4)	-0.04(3)	0.08(6)	0.00(2)	0.02(2)	0.13(4)	0.22(6)	-0.2(1)	1.19(2)
	A (%)	9.2(1.1)	5.3(1.6)	11.3(2.1)	13.3(2.0)	19(4)	16.5(1.0)	5.0(0.7)	6.0(1.7)	6.8(2.6)	8.6(3.9)	2.0(0.1)
	δ (mms ⁻¹)	0.049(7)	0.061(7)	0.05(2)	0.25(2)	0.26(2)	0.19(1)	0.10(1)	0.16(2)	0.00(5)	0.17(4)	0.14(2)
	Γ (mms ⁻¹)	0.35(2)	0.26(4)	0.42(4)	0.47(4)	0.44(3)	0.48(2)	0.41(5)	0.30(4)	0.5(1)	0.43(7)	0.41(2)
Могуће фазе		Могуће локално окружење атома гвожђа (Fe)										
A2	R8	R7	R6	R5	R4				R7-слично	R5-слично	R4-слично	
D0 ₃	A8+D	A7	A6	A5	A4	A3-слично			A6-слично	A5-слично	A4-слично	
B2	B8	B7	B6	B5	B4	B3-слично			B6-слично	B5-слично	B4-слично	
L2 ₁		Fe(8)-слично				Fe(4)-слично	Fe(3)-слично	Fe(2)-слично	Fe(8)-слично		Fe(4)-слично	
												Агрегат растворених атома
Fe ₂ B					Fe ₂ B-сл.						Fe ₂ B-сл.	
Fe ₂₃ B ₆		Fe ₂₃ B ₆ -слично	Fe ₂₃ B ₆ -слично	Fe ₂₃ B ₆ -слично	Fe ₂₃ B ₆ -слично		Fe ₂₃ B ₆ -слично		Fe ₂₃ B ₆ -слично	Fe ₂₃ B ₆ -слично		

Резултати фитовања података показали су да имамо Месбауерове компоненте које могу одговарати различитим типовима кристалних структура пронађених у бинарном систему Fe-Si, као што су A2 [156, 157], B2 [157, 158] и D0₃ [158-160], које смо означили као Rk, Bk, Ak и D, редом. Такође, пронађене су Месбауерове компоненте које могу одговарати L2₁-Fe(Si,V) псеудо-бинарној фази, која је еквивалентна D0₃-типу бинарне Fe-Si фазе, а могуће локално окружење атома пробе Fe означили смо Fe(k) [154]. Ознака „k“ је број атома Fe као најближих суседних атома (1NN) атома пробе гвожђа (nearest neighbor atom – 1NN атом, тј. прва координациона сфера око атома гвожђа; next-nearest neighbor atom – 2NN атом, тј. друга координациона сфера око атома гвожђа). Због једноставности, за тип D0₃ усвојена је нотација везана само за прву љуску атома око атома пробе гвожђа слична нотацији датој у реф. [161] за легуре типа FINEMET, а не као у реф. [158], иако се Месбауерови спектри Fe(Si) бинарних фаза са структурним типом D0₃ тачније описују преко прве две најближе љуске атома пробе Fe [158]. Стога су „непромењиве“

компоненте одређене према претпостављеном броју атома Fe као 1NN, као што се то често ради у случају легура на бази Fe са бcc-Fe(Si) - нанозрнима [162] и легуре сличне FINEMENT-у са $D0_3$ – типом структуре Fe(Si) [149, 161, 163]. Такође, један “непроменљиви” дублет највероватније одговара Fe- позицијама са 1 или 0 Fe атома као 1NN, тако да је приписан агрегатима растворених атома Si, V и B у легури.

Таб. IV Месбауерови (МБ) параметри кристалног удела легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ за узорке одгреване на 823 К, 873 К и 973 К

		Месбауерове кристалне компоненте												
	МБ пар.	C7	C1	C2	C3	C4	C5	C6	D1	D21	D22	D3	D4	Q1
823 К	B_{hf} (Т)	32.43(6)	31.00(7)	28.3(2)	24.36(3)	19.54(5)	13.91(9)	9.2(2)	29.6(1)	27.3(2)	22.1(1)	19.41(5)	16.9(2)	
	$2\epsilon/\lambda$ (mms ⁻¹)	0.13(1)	-0.07(1)	-0.05(3)	-0.04(2)	0.13(4)	-0.03(3)	-0.03(4)	0.12(2)	-0.09(4)	-0.02(4)	-0.14(3)	-0.01(5)	0.96(8)
	A (%)	7.1(1.3)	13.9(2.4)	9.1(2.3)	18.5(0.9)	14.3(3.3)	11.3(0.9)	5.4(0.9)	5.2(2.2)	2.5(0.4)	2.4(0.7)	6.7(2.6)	1.7(0.9)	1.9(0.4)
	δ (mms ⁻¹)	0.024(7)	0.113(7)	0.13(1)	0.19(1)	0.235(6)	0.18(1)	0.14(2)	0.03(1)	-0.08(2)	0.06(2)	0.220(7)	0.11(3)	0.02(4)
	Γ (mms ⁻¹)	0.31(3)	0.36(4)	0.42(6)	0.45(2)	0.39(4)	0.49(4)	0.49(7)	0.28(6)	0.27	0.29(6)	0.27(4)	0.3(1)	0.8(2)
873 К	B_{hf} (Т)	32.34(8)	30.7(1)	28.9(1)	24.41(3)	19.34(3)	13.46(5)	9.46(9)	30.8(1)	26.82(8)	22.29(7)	19.57(5)	16.54(6)	
	$2\epsilon/\lambda$ (mms ⁻¹)	-0.01(2)	-0.09(3)	-0.04(2)	0.02(1)	0.05(1)	0.021(9)	-0.14(3)	0.24(3)	-0.09(3)	0.06(3)	-0.06(1)	-0.14(2)	1.16(6)
	A (%)	7.5(1.1)	6.7(2.6)	12.8(2.4)	13.3(0.9)	12.5(1.2)	14.4(0.7)	2.5(0.3)	4.3(0.7)	2.7(0.7)	6.8(1.3)	7.4(1.3)	8.7(0.9)	0.4(0.1)
	δ (mms ⁻¹)	0.038(8)	0.05(1)	0.11(1)	0.169(5)	0.266(5)	0.206(6)	0.15(1)	0.07(2)	0.02(1)	0.08(1)	0.09(1)	0.113(7)	0.18(3)
	Γ (mms ⁻¹)	0.34(8)	0.30(6)	0.41(4)	0.36(2)	0.30(2)	0.44(2)	0.27	0.27	0.27(5)	0.37(5)	0.31(4)	0.35(3)	0.27
973 К	B_{hf} (Т)	32.24(6)	29.87(6)		24.17(2)	19.44(3)	14.18(6)	9.56(8)	29.70(5)	26.8(1)	21.83(7)	19.43(4)	16.2(1)	
	$2\epsilon/\lambda$ (mms ⁻¹)	-0.01(1)	-0.15(4)		-0.03(1)	0.028(8)	-0.04(2)	-0.01(2)	0.13(4)	0.15(3)	-0.03(2)	-0.059(9)	-0.10(3)	1.20(3)
	A (%)	5.0(1.0)	14.2(1.9)		15.6(0.7)	10.8(1.2)	15.4(1.0)	3.3(0.3)	14.0(1.1)	3.7(0.8)	4(1)	8.8(1.4)	3.8(1.1)	0.7(0.1)
	δ (mms ⁻¹)	0.052(6)	0.01(2)		0.203(6)	0.263(5)	0.198(9)	0.10(1)	0.17(2)	-0.10(2)	0.09(1)	0.102(9)	0.15(1)	0.07(1)
	Γ (mms ⁻¹)	0.27(3)	0.43(4)		0.40(2)	0.27(2)	0.52(2)	0.30(4)	0.40(2)	0.38(6)	0.32(5)	0.32(3)	0.35(7)	0.26(4)
Могуће фазе		Могуће локално окружење атома гвожђа (Fe)												
A2	R8	R7	R6	R5	R4			R7-слично	R6-слично	R5-слично	R4-слично			
D0 ₃	A8+D	A7	A6	A5	A4	A3-слично		A7-слично	A6-слично	A5-слично	A4-слично	A3-слично		
B2	B8	B7	B6	B5	B4	B3-слично		B7-слично	B6-слично	B5-слично	B4-слично	B3-слично		
L2 ₁		Fe(8)-слично			Fe(4)-слично	Fe(3)-слично	Fe(2)-слично	Fe(8)-слично			Fe(4)-слично	Fe(3)-слично		
														Агрегати растворених атома
Fe ₂ B				Fe ₂ B-слично							Fe ₂ B-слично			

XRD анализом је установљено да постоје у мањој мери две Fe-B фазе, метастабилна $Fe_{23}B_6$, и стабилна Fe_2B . Једињење Fe_2B ($C16$, $CuAl_2$ -тетрагонални тип) има само једну кристалографски нееквивалентну позицију у елементарној ћелији кристалне решетке, али две магнетно различите позиције атома Fe са хиперфиним магнетним пољима од 23.2(2) Т и 24.0(2) Т [164]. Понекад, због велике количине дефеката у узорку, само један секстет може бити повезан са Fe_2B фазом [165]. Метастабилна $Fe_{23}B_6$ фаза има $Cr_{23}C_6$ тип кристалне структуре, где постоје четири кристалографски нееквивалентне позиције Fe у јединичној ћелији. Метастабилна фаза $Fe_{23}B_6$ детаљно је истражена Месбауеровом спектроскопијом у реф. [166], где је она добијена у планетарном млину и показано је да

је добијена фаза блиска Fe_{23}V_6 и стабилна на собној температури. Месбауеров спектар ове фазе блиске Fe_{23}V_6 састоји се из седам (7) магнетних компоненти у опсегу хиперфиног магнетног поља $\sim 14 \text{ T} - 32 \text{ T}$. Месбауерове компоненте које могу одговарати фази Fe_{23}V_6 идентификоване су у неодгреваном узорку легуре $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ и узорцима одгреваним на 573 K , 723 K и 773 K (Табеле II-IV). Месбауерове компоненте којима је идентификована ова фаза, преклапале су се са Месбауеровим компонентама кристалних фаза $\text{Fe}(\text{Si})$, $\text{Fe}(\text{Si},\text{V})$ и Fe_2V , стога их је било врло тешко међусобно разликовати, тако да није било могуће установити мали појединачан удео Fe_{23}V_6 у легури, нити мали удео фазе Fe_2V овом методом.

Генерално, у досадашњим истраживањима која се односе на уређену или неуређену Fe-Si структуру, уочено је да су хиперфини параметри за различите позиције гвожђа у формираној кристалној решетки скоро независни од садржаја Si [156, 158,157]. За концентрацију Si до 27 at. %, закључено је да се само до шест (6) компоненти могу разлучити у Fe-Si Месбауеровим спектрима, што одговара различитом броју атома Si као 1NN. У пракси, за израчунавање садржаја Si у кристалним фазама Fe-Si често се користе одговарајуће биномне расподеле у процедури фитовања експерименталних података коришћењем методе најмањих квадрата. Тај поступак је недвосмислено примењив, уколико је могуће различите Месбауерове подспектре доделити кристалографским позицијама Fe и ако је узорак хомоген и једнофазан [158], али се у пракси чешће користи за процену садржаја Si у $\text{D0}_3\text{-Fe-Si}$ фази у тракама типа FINEMET. Месбауерови спектри легуре FINEMET са додатим ванадијумом, у реф. [147, 168-171] били су фитовани уз претпоставку постојања пет секстета за кристални удео. Секстети $\text{Fe}(\text{Si})$ из Месбауерове анализе одговарају различитом броју Fe и Si атома као 1NN атома Fe и имају магнетна поља типична за зрна Fe-Si , $\text{bcc-Fe}(\text{Si})$ - нано зрна [162] или D0_3 са структуром типа $\text{D0}_3\text{-Fe}(\text{Si})$ - нано зрна [161, 163, 149] у легурама типа FINEMET.

Додатне компоненте су означене као Rk - слично, Vk - слично, Ak - слично и D - слично, или $\text{Fe}(k)$ - слично за опис локалних окружења гвожђа која наликују (слична су) Fe - локалним окружењима у $A2$, $B2$, D0_3 или $L2_1$ типу структура, респективно. Уколико би се атоми V нашли у околини Fe у овим типовима структура, или формирала локално дисторзирана структура, хиперфини параметри припадајућих Месбауерових спектра би се у одређеној мери изменили, те је стога овакав тип компоненти означен као „сличан“. Фазе Fe_2V и Fe_{23}V_6 у табелама су такође означене као „сличне“ управо због могућности да је неки од Si и/или атома V уграђен у тим фазама, или су се формирали одређени дефекти у околини Fe у тим фазама, што је имало за последицу да се у одређеној мери промене хиперфини параметри припадајућих Месбауерових подспектра.

С обзиром на то да је Месбауерова спектроскопија прецизнија метода од XRD анализе, не може се у потпуности искључити постојање неких недетектованих фаза, као и посебне врсте дефеката са добро дефинисаном локалном атомском конфигурацијом која је у сагласности са одговарајућом групом симетрије идентификоване кристалне фазе. У вези са релативним амплитудама компонената, најчешће се претпоставља да су оне идентичне или да се могу упоредити са израчунатим скупом бинарних расподела које карактеришу кратко-дометну уређеност Fe-Si или Fe-Si-V легура које имају $A2$, $B2$ или D0_3 структуру [156, 157, 167, 158, 172, 173].

Квалитативном анализом добијених параметара Месбауерових спектра, утврђено је да се без обзира на температуру одгревања, вредност хиперфиног магнетног поља B_{hf} код „непроменљивих“ компоненти веома мало мења. Компонента са $B_{\text{hf}} \approx 32,2 \text{ T} - 32,4 \text{ T}$ (сл. 84 и таб. II – IV), одговара атому проби Fe који је окружен са осам (8) најближих суседа Fe , и може се идентификовати код фазе $A2$ [156, 157], која одговара фази $\text{bcc-Fe}(\text{Si})$ и у сагласности је са XRD анализом.

Са друге стране, компонента ($B_{hf} \approx 32,2 - 32,4$ Т) није присутна у Месбауеровом спектру код кристалне фазе типа $L2_1-Fe_{2+x}V_{1-x}Si$ ($x = 0 - 1$) [154]. Даље, компонента са вредношћу $B_{hf} \approx 9,4 - 9,8$ Т одговара атому Fe окруженом са два Fe најближа суседа, и сугерише на постојање кристалне фазе типа $L2_1-Fe_{2+x}V_{1-x}Si$ ($x = 0 - 1$) [154], која није идентификована XRD анализом. Такође, нађене су вредности $B_{hf} \approx 13,5 - 14,3$ Т, које се могу наћи као компоненте у спектру $D0_3-Fe(Si)$ фазе са концентрацијом силицијума већом од 25 at. % [158], али и код $D0_3-Fe(Si)$ фазе са локално нижим степеном уређености [167], што такође указује на постојање делова узорка који су локално уређени у структури типа $D0_3/L2_1$ или B2. На основу претходног се може закључити да поред области са локалном уређеношћу типа A2 структуре постоје и области у узорку које су локално уређене у тип кристалне структуре $D0_3/L2_1$ или B2.

Под претпоставком да су V и Cu углавном нерастворљиви, док су Si и V углавном растворљиви у решетки bcc Fe фазе, може се грубо претпоставити да је коначни производ кристализације на 973 К раздвојен на: $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8 = 8 Fe_2B + Cu + Fe_{56}Si_{15}V_4$, где је Fe(Si, V) - остатак са Fe (20 at. % Si и 5 at. % V). На основу промена параметара решетке бинарне фазе Fe(Si), XRD анализа је показала да концентрација Si варира од 20 до 25 at. % Si у кристалним зрнима узорака одгреваних на различитим температурама. Према фазном дијаграму Fe-Si-V [174], где је у случају када је концентрација ванадијума 5 at. % и концентрација силицијума у опсегу од 20 до 25 at. %, присутан само $D0_3$ тип фазне структуре, ова фаза би требала бити детектована методом рендгенске дифракције. За мање садржаје од 20 at. % Si две кристалне фазе су видљиве у Fe-Si-V дијаграму: тип bcc-структуре и $D0_3$ тип при нижим температурама (испод 1323 К) и B2 и $D0_3$ на вишим температурама (изнад 1323 К) [174].

Месбауерова анализа је показала да постоји могућност да Месбауерове компоненте потичу од фаза са структуром типа A2, B2, и $D0_3/L2_1$. Након прорачуна расподеле вероватноће појављивања Месбауерових компоненти које кореспондирају структурним типовима фаза: A2- неуређени-bcc, B2, $D0_3$ и $L2_1$ које могу формирати бинарна фаза Fe (Si) и квази-бинарна фаза Fe (Si, V), закључено је да самостално ни један тип структуре у потпуности не одговара експерименталним подацима. Месбауерове компоненте са малим вредностима хиперфиног магнетног поља такође указују са великом вероватноћом на постојање области у узорцима са садржајем (Si+V) већим од 25 at. %. Према томе, може се закључити да удео Si и V није равномерно распоређен и њихова концентрација варира кроз легуру.

4.1.5 Кинетика процеса у чврстом стању узорка легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

Кинетичком анализом процеса у чврстој фази се одређују кинетички параметри и механизми процеса, који се у случају да се одређују експерименталним мерењима, називају „привидни параметри“. Величина која одражава енергију потребну за активацију неког процеса назива се привидна енергија активације - E_a . У случају кристализације представља енергију потребну да се активира процес кристализације материјала. E_a је одређена појединачним баријерама елементарних ступњева у оквиру једног процеса. За испитивање кинетике кристализације коришћена је проширена Аренијусова једначина [175], која представља основну једначину за диференцијалне кинетичке методе којим се рачунају кинетички триплети: E_a - привидна енергија активације и A - предекспоненцијални фактор (Аренијусови параметри) и $f(\alpha)$ - конверзиона функција (кинетички модел):

$$\frac{d\alpha}{dt} = \beta \frac{d\alpha}{dT} = A \cdot \exp\left(\frac{-E_a}{R \cdot T}\right) f(\alpha), \quad (34)$$

где су: α - степен напредовања процеса, T - температура, t - временски интервал, $\beta = dT/dt$ - брзина загревања, R - универзална гасна константа (8,314 J/(mol·K)). Једначину су апроксимирали и решили Кисинџер [176] и Озава [177], тако да је једначина (34) добила следеће облике:

$$\text{Кисинџерова метода: } \log \frac{\beta}{T_{max}^2} = \log \frac{AR}{E_a} - \frac{E_a}{2,303R} \cdot \frac{1}{T_{max}}, \quad (35)$$

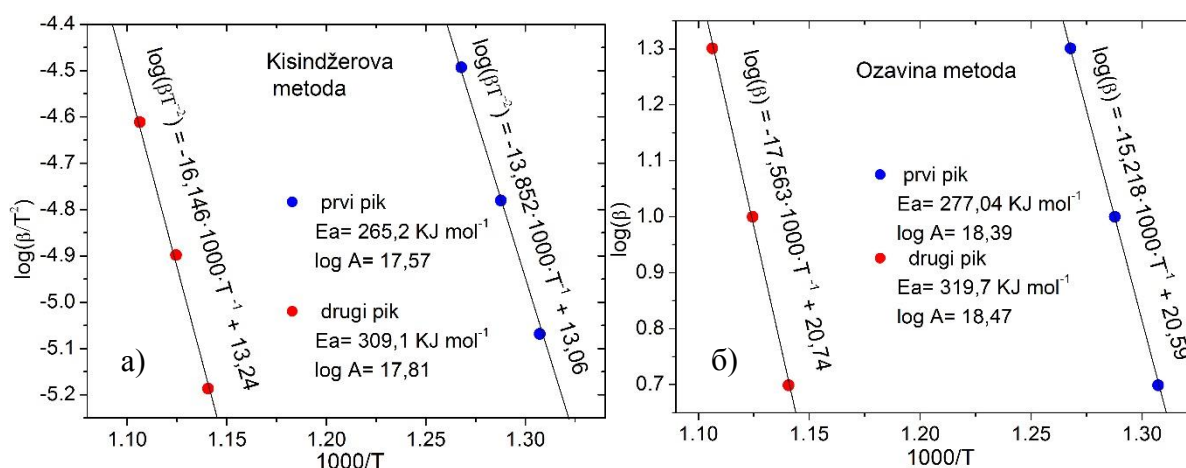
$$\text{Озавина метода: } \log \beta = \log \frac{AE_a}{R} - 2,315 - \frac{0,4567E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_{max}}. \quad (36)$$

Ове једначине представљају праву облика $y = ax + b$, где су:

за Кисинџерову методу параметри: $y = \log \frac{\beta}{T_{max}^2}$; $x = \frac{1}{T_{max}}$; $a = -\frac{E_a}{2,303R}$; $b = \log \frac{AR}{E_a}$;

док су за Озавину методу параметри: $y = \log \beta$; $x = \frac{1}{T_{max}}$; $a = -\frac{0,4567E_a}{R}$; $b = \log \frac{AE_a}{R} - 2,315$.

Параметри једначина се одређују тако што се сниме DTA (или DSC) криве за три или више различитих брзина загревања (β), из којих се читају положаји максимума пикова (T_{max}). За легуру $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ снимљене су три DTA криве за $\beta = 5$ K/min, 10 K/min и 20 K/min (сл.72). На основу прочитаних вредности T_{max} пикова за три различите константне брзине загревања, Кисинџеровом методом су добијене праве: $\log(\beta T^2) = -13,852 \cdot 1000 \cdot T^{-1} + 13,06$ за први пик и $\log(\beta T^2) = -16,146 \cdot 1000 \cdot T^{-1} + 13,24$ за други пик. За исте брзине загревања, Озавином методом су добијене праве: $\log(\beta) = -15,218 \cdot 1000 \cdot T^{-1} + 20,59$, за први пик и $\log(\beta) = -17,563 \cdot 1000 \cdot T^{-1} + 20,74$, за други пик (сл. 85).



Сл. 85 Графичко решавање Аренијусове једначине методом: а) Кисинџера и б) Озаве.

На основу одсецака на ординати: $\log(\beta T^2)$ (за Кисинџерову методу); $\log(\beta)$ (за Озавину методу) и апсциси: $1000 \cdot T^{-1}$, добијених прави (сл. 85), израчунате су вредности E_a и $\log A$ за оба кристалizaciona ступња по Кисинџеровој и Озавиној методи и приказане су у табели V.

Таб. V Енергија активације, E_a и предекспоненцијални коефицијент легуре
 $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$, добијени Кисинџеровом и Озавином методом

Метода		Први пик	Други пик
Кисинџер	E_a (kJ/mol)	265,2	309,1
	$\log A$	17,57	17,81
Озава	E_a (kJ/mol)	277,04	319,7
	$\log A$	18,39	18,47

4.2 Магнетна својстава легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

Легура $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ припада групи магнетно меких материјала типа „FINEMET”, па су у вези са тиме испитивана магнетна својства ради процене могућности њене примене у електротехници. С тим у вези, снимана је магнетизација легуре различитим методама: методом SQUID, магнетометром са вибрирајућим узорком (VSM) и Фарадејевом вагом. Такође, праћен је и магнетоимпедансни ефекат. Испитивањем магнетних својстава установљена је оптимална температура којом се модификује полазна легура ради постизања најбољих магнетних својстава и утврђена је висока корелација структурних промена легуре са магнетним својствима.

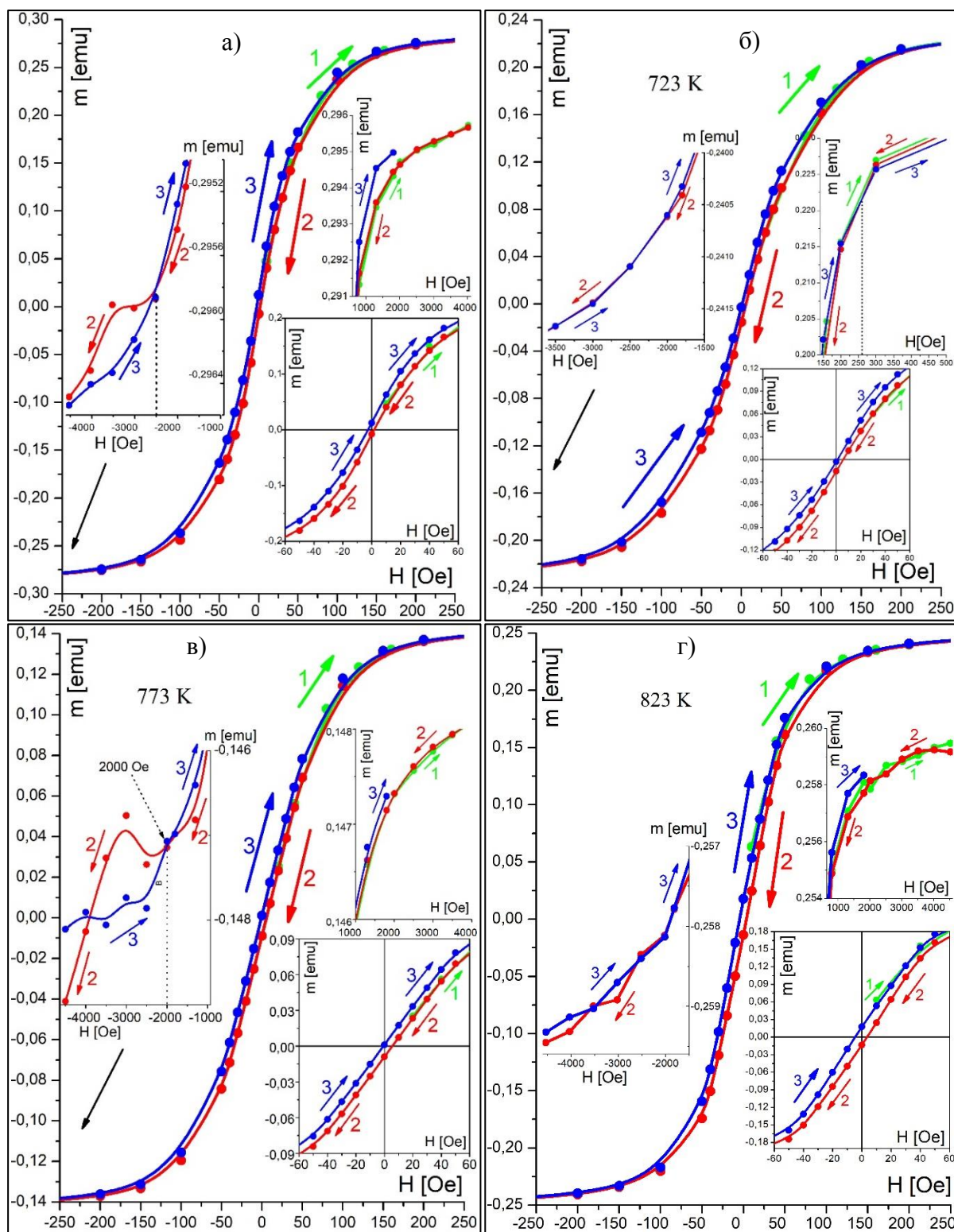
4.2.1 Утицај одгревања на магнетизацију легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ мерен методом SQUID

Узорци траке $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ који су карактерисани овом методом, припремљени су одгревањем на различитим температурама у трајању од један сат у заштићеној атмосфери азота, а потом су сечени на мање делове. Поред тога, овако припремљене траке су коришћене и за испитивање својстава и другим методама, чиме је испитивана међусобна корелација магнетних и структурних својстава легуре. Узорци су били ширине 1,5 mm, дебљине око 55 μm и дужине око 6 mm.

Зависност магнетног момента од магнетног поља приказана је на сл. 86, где се уочава да је код свих снимљених узорака добијена инверзна магнетна хистерезисна крива, а карактеристичне тачке (пресеци криве са координатним системом), приказане су у табели VI.

Табела VI – Карактеристичне тачке инверзних хистерезисних кривих за узорке легуре
 $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

Температура одгревања (K)	H (Oe)		H (A/m)		H _{C+} – H _{C-} (A/m)	m _s (emu)
	H _{C-}	H _{C+}	H _{C-}	H _{C+}		
-	-2.53	1.59	-201.5	126.4	327.9	0.3
573	-5.15	2.14	-410.2	170.3	580.5	0.2
723	1.087	5.66	86.5	450.3	363.8	0.24
773	-0.71	5.56	-56.1	442.5	598.6	0.15
823	-4.58	3.6	-364.2	286.3	650.5	0.26



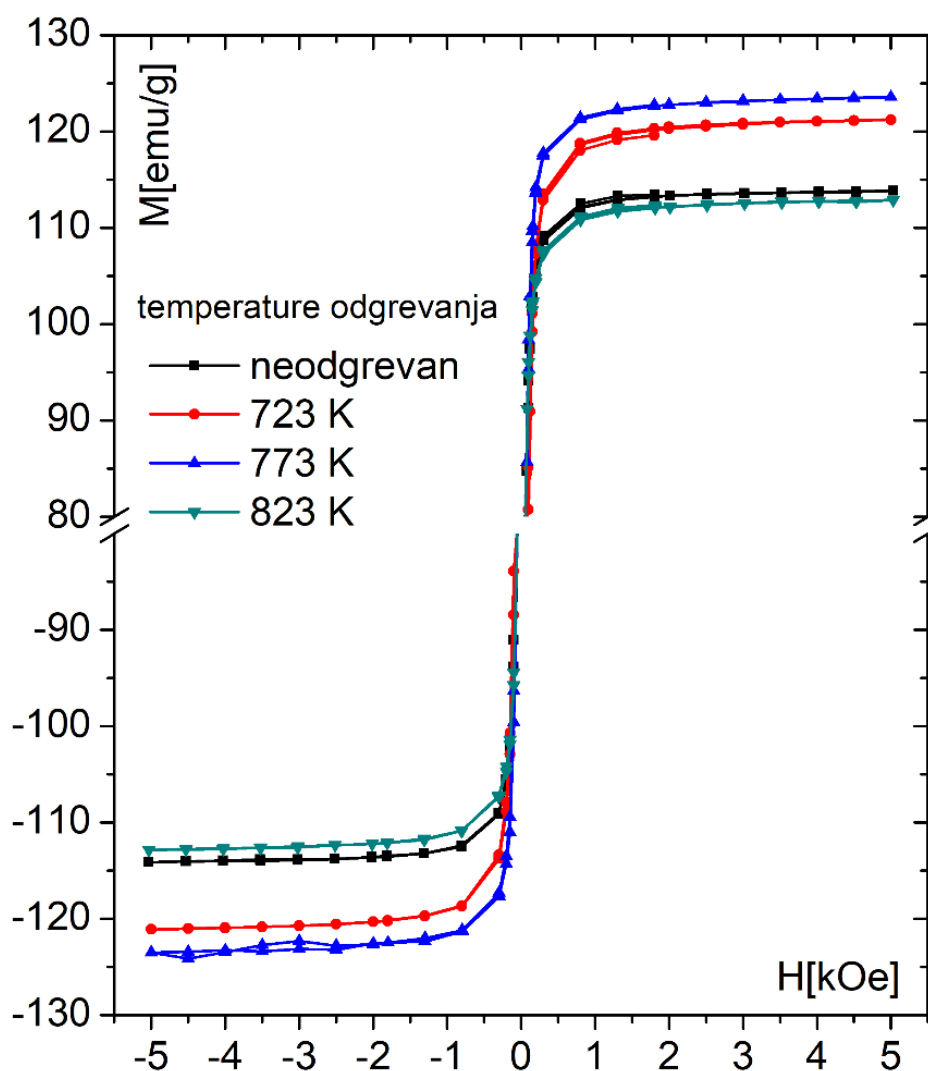
Сл. 86 Приказ магнетног момента у зависности од магнетног поља легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ за: а) неодгревану траку, б) одгревану на 723 К, в) одгревану на 773 К и г) одгревану на 823 К [65].

Анализом дијаграма на сл. 86, уочен је и ефекат помераја магнетне хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу, (exchange bias effect). Зеленом бојом је приказан првобитна крива магнетизације, од нулте вредности до максималне вредности магнетног поља (означено бројем 1), а затим је црвеном бојом нацртана падајућа грана хистерезиса (означено

бројем 2) и плавом бојом грана хистерезиса у порасту (означено бројем 3). Инсерти на дијаграмима приказују тачке где крива прелази из инверзног у нормалан смер.

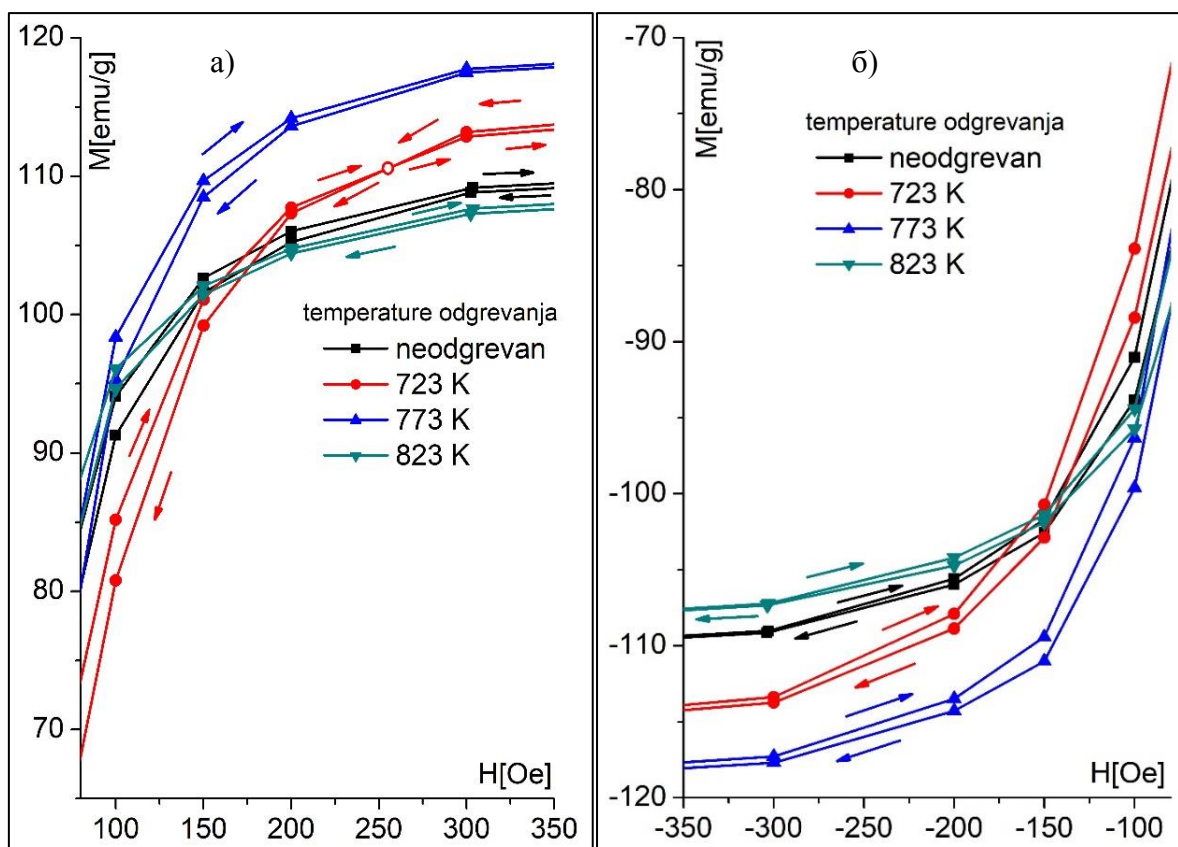
Добијени резултати, указују да постоји зависност магнетних својстава од структурних промена индукованих одгревањем [65]. Маса узорака има битан утицај на резултате, јер је код већих узорака и магнетни моменат је већи. Да би се упоредили добијени резултати, магнетни моменти, m (emu) подељени су са масом m (g) узорака и тако су добијене масене магнетизације M (emu/g) (сл. 87).

Из приказаних дијаграма на сл. 87, уочава се да вредност магнетизација засићења (M_s) у односу на полазну легуру расте са температуром одгревања (T_{an}) до вредности 773 K, а након тога опада. Такође установљено је да је вредност магнетизације засићења највећа за $T_{an} = 773$ K, док је за 823 K готово идентичне вредности као и код полазне легуре.



Сл. 87 Зависност масене магнетизације од магнетног поља за неодгревани узорак и узорке одгреване на 723K, 773K и 823K у трајању од 1 сат за легуру $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ [65].

На сл. 88 а) и б), са увећањем је приказан смер магнетне хистерезисне криве и тренд промене магнетизације засићења, у зависности од температуре одгревања.



Сл. 88 Приказ зависности масене магнетизације од магнетног поља H за неодгревани узорак легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$, и одгреване узорке на 723K, 773K и 823K у трајању од 1 сат у: а) првом и б) трећем квадранту [65].

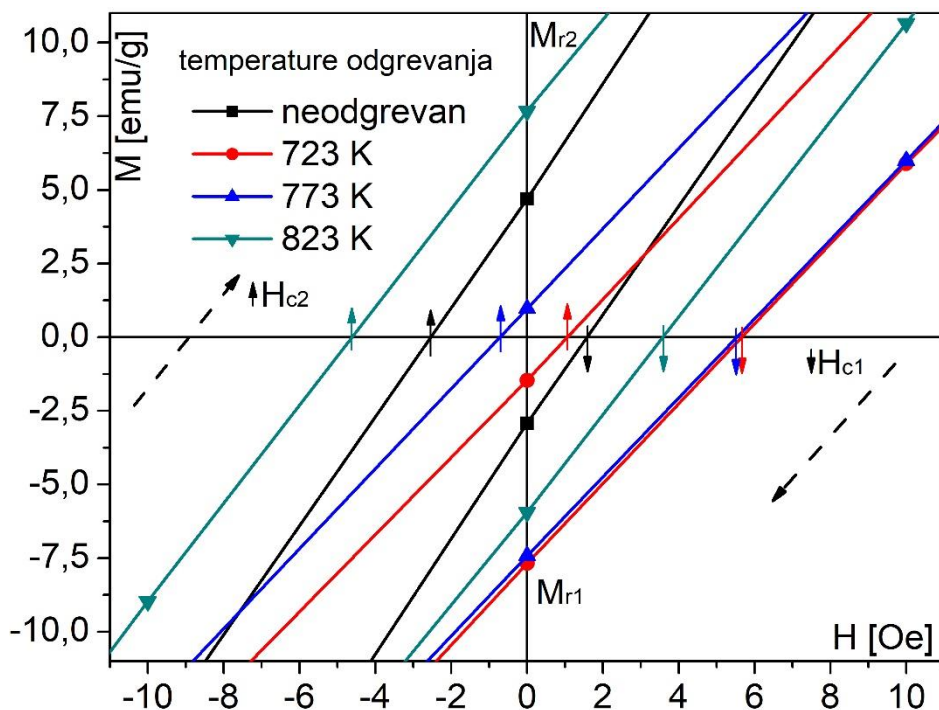
Хистерезис у одређеним тачкама прелази из инверзног у нормалан смер, што је у корелацији са ефектом помераја хистерезисне криве у односу на $H = 0$ осу. Ово је јасније приказано на сл. 88 а), где је ова појава за узорак одгреван температуром од 723K при $H = 250$ Oe (у првом квадранту координатног система), док је код свих других узорака при много већем магнетном пољу. На сл. 89 приказан је део хистерезисне криве легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ у близини координационог почетка са обележеним карактеристичним тачкама из табеле VII.

Табела VII – Карактеристичне тачке ефекта помераја хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу, приказане на сл. 89

Температура одгревања (K)	H_{c1} (Oe)	H_{c2} (Oe)	H_c (Oe)	H_{eb} (Oe)	M_{r1} (emu/g)	M_{r2} (emu/g)	M_s (за 800 Oe) (emu/g)
неодгреван	1.57	-2.53	2.05	-0.48	-2.92	4.7	112.5
723	5.67	1.06	2.305	3.365	-7.68	-1.46	118.03
773	5.55	-0.71	3.13	2.42	-7.43	0.97	121.3
823	3.57	-4.62	4.095	-0.525	-5.94	7.68	111.14

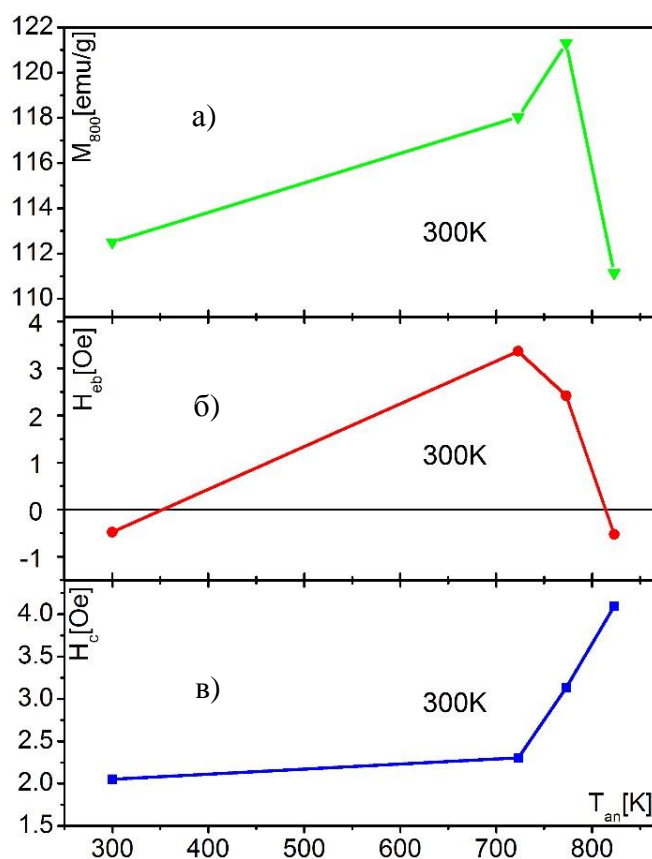
Анализом података, уочено је да су карактеристичне тачке у корелацији са температуром одгревања траке. Установљено је да је магнетна хистерезисна крива померена у односу на $H=0$, односно $H_{eb} \neq 0$. Код неодреваног узорка и узорка одгреваног на температури 823K (550 °C) магнетна хистерезисна крива је померена у лево од $H=0$ осе, тј. $H_{eb} < 0$, док је за температуре одгревања од 723K (450 °C) и 773K (500 °C) крива померена у десно у односу на $H=0$, тј. $H_{eb} > 0$. Највећи померај криве је код узорка одгреваног 723K (450 °C), где су обе вредности H_{c1} и H_{c2} у областима $H > 0$. За овај узорак је карактеристично да је поред највећег H_{eb} , уједно забележено и најмање поље где хистерезис прелази из негативног у позитиван смер, што чини корелацију ових ефеката. Карактеристичне тачке (H_{c1} , H_{c2} , M_{r1} и M_{r2}) ефекта помераја хистерезисне криве у односу на $H=0$ наведене су у табели VII.

Вредност поља на којем долази до промене смера хистерезиса из инверзног у нормалан смер, као и ефекат помераја хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу, зависи од изменске енергије антиферомагнетне интеракције између анизотропија магнетно мекше (ММ) и магнетно тврђе компоненте (МТ), која је дата коефицијентом J_{12} у С-В моделу (једначина 10), односно J_{eb} у М-Б моделу (једначина 12) и (једначина 13). Аналогно овоме, антиферомагнетна изменска интеракција између МТ и ММ компоненте има за последицу и несиметрије вредности M_r где је уочено да је $|M_{r1}| \neq |M_{r2}|$.



Сл. 89 Приказ магнетног хистерезиса легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ у близини координатног почетка, са обележеним вредностима H_c и M_r за неодревани узорак и узорке одгреване на 723 K, 773 K и 823 K у трајању од 1 сат [65].

Такође, уочен је тренд повећавања вредности коерцитивног поља H_c са порастом температуре одгревања. Магнетизација засићења, M_s расте са порастом температуре одгревања до $T_{an}=773$ K, након које M_s опада са порастом T_{an} (сл. 90). Ремагентна магнетизација, M_{r1} код свих узорака је негативна, (таб. VII).



Сл. 90 Приказ промене вредности: а) магнетизације M_{800} (за $H = 800$ Oe), б) поља изменске интеракције H_{ex} и в) коерцитивног поља H_c на собној температури (300 K) након одгревања легуре на T_a [65].

4.2.2 Магнетна својства мерена магнетометром са вибрирајућим узорком (Vibrating Sample Magnetometer) – VSM

Овим уређајем је снимана статичка магнетна хистерезисна крива у лонгитудиналној и нормалној орјентацији узорка у односу на магнетно поље које је мењано у распону од 10 kOe до -10 kOe, на собној температури. Узорак је био у облику траке, дужине 15 mm, ширине 1,5 mm, дебљине 55 μm и масе 4,85 mg. Такође, сниман је хистерезис за исти узорак подељен на три једнака дела (око 5mm) која су постављена један на други, чинећи вишеслојни материјал истог састава. Узорак је потом припремљен за термомагнетна мерења тако што је иситњен, а количина од 3,6 mg је постављена у носач узорка уређаја VSM (Vibrating Sample Magnetometer). Током термомагнетних мерења узорак је загреван од собне до температуре 1073 K константном брзином од 4 K/min, а потом хлађен до температуре блиске собној температури. Овако третираном узорку снимљена је магнетна хистерезисна крива пре и након термичког третмана. Сви резултати магнетних момената m (emu) су сведени на масену магнетизацију M (emu/g) ради поређења добијених резултата.

Ако упоредимо припремање узорка мерене уређајима VSM и SQUID, суштинска разлика се огледала у њиховој дужини, односно маси. За VSM методу, узорак је био скоро три пута дужи (15 mm) у поређењу са узорком који је мерен уређајем SQUID (око 6 mm), при истој ширини и дебљини. Дакле, однос P/V узорка сниманог методом VSM био је већи за $0,2 \text{ mm}^{-1}$ (табела VIII). Имајући у виду да се површинска магнетизација формира у одређеној зони површине траке [42], однос повећања површинске и

запреминске магнетизације узорка је заправо већи од геометријског односа површине и запремине траке. Ако је a дужине траке која је променљива величина и b и c ширина и дебљина узорка, које су константне величине, однос P/V се мења по следећој једначини:

$$\frac{P_i}{V_i} - \frac{P_0}{V_0} = 2 \left(\frac{1}{a_i} - \frac{1}{a_0} \right), \text{ за } i = 1, 2, 3 \dots n, \quad (37)$$

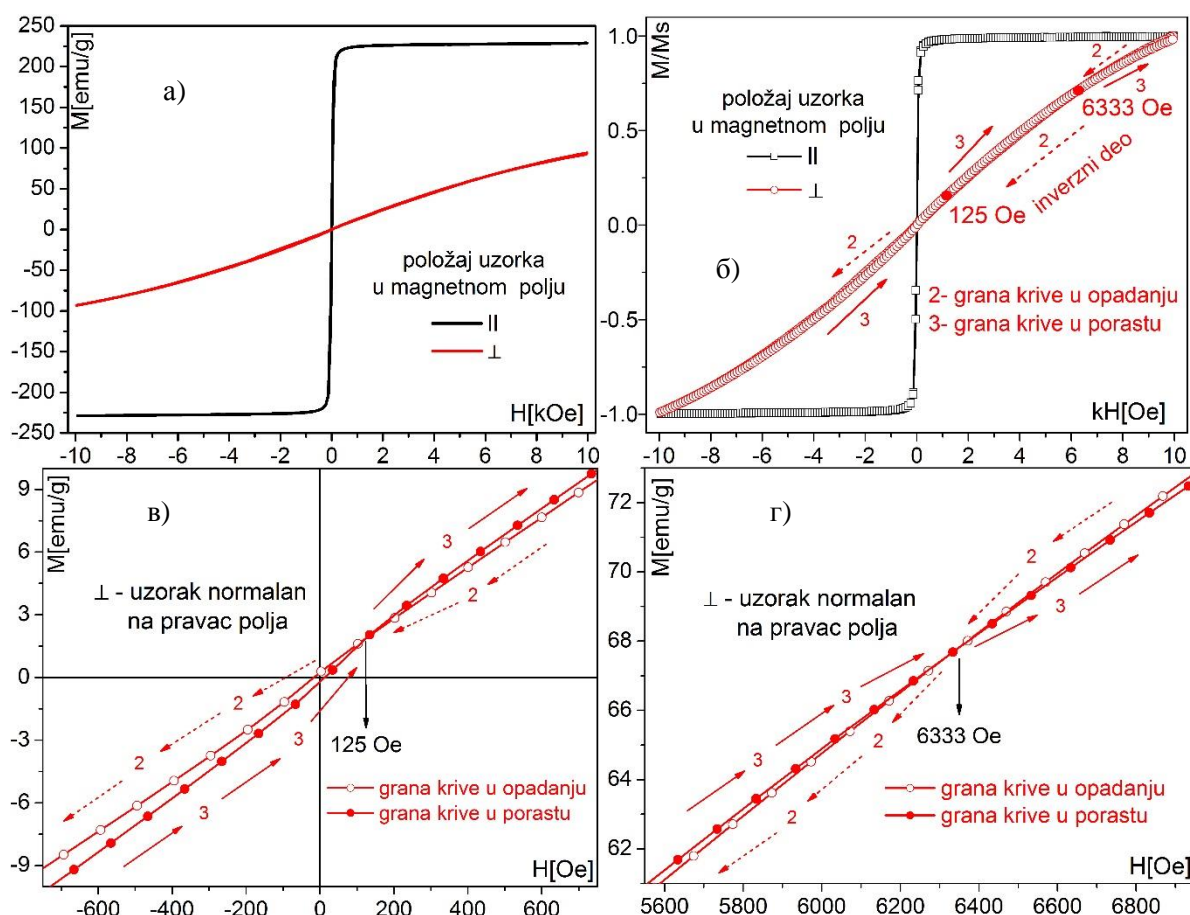
где су: P_i - површина, V_i - запремина и a_i - дужина траке којој је смањена дужина, а P_0 - површина, V_0 - запремина и a_0 - дужина полазне траке.

Табела VIII однос P/V за траке дужине 15 mm (VSM) и 6 mm (SQUID)

метода	a (mm)	b (mm)	c (mm)	P (mm ²)	V (mm ³)	P/V (mm ⁻¹)
VSM	15	1,5	0,055	46,65	1,125	37,83
SQUID	6	1,5	0,055	18,75	0,45	38,03

4.2.2.1 Утицај положаја узорка легуре у магнетном пољу на магнетизацију

Анализом добијених резултата, уочено је да је при лонгитудиналној оријентацији магнетног поља, магнетни хистерезис нормалног смера, док је при нормалној (перпендикуларној) оријентацији инверзан у опсегу од 125 Oe до 6333 Oe (сл. 91).



Сл. 91 Магнетни хистерезиси траке $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ за: ||- узорак лонгитудиналан на правац поља и ⊥- узорак нормалан на правац поља, где су криве: а) реалних вредности, б) нормализованих вредности, в) приказ почетка инверзне области (125 Oe) и г) приказ завршетка инверзне области (6333 Oe) за нормално постављен узорак.

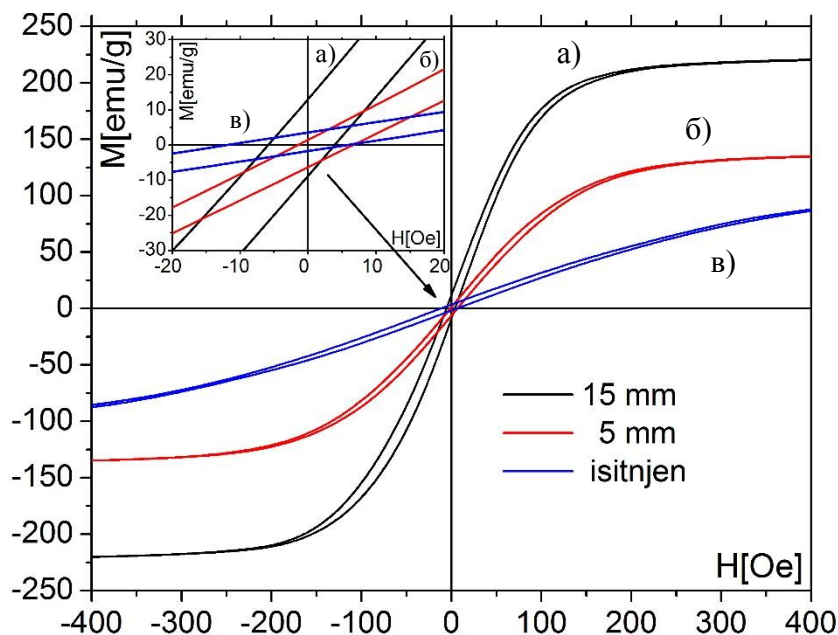
Добијени резултати су у сагласности са теоријским објашњењима настајања инверзне хистерезисне петље која се јавља код краћих ултратанких феромагнетних трака или филмова [41 – 43]. Овај ефекат је уочен приликом снимања магнетне хистерезисне криве узорака легуре методом SQUID, где је трака узорка била скоро три пута краћа у односу на резултате добијене методом VSM при лонгитудиналној оријентацији поља. Положај лаке осе магнетизације у односу на спољње магнетно поље је од битног утицаја на магнетни хистерезис. Магнетизација при лонгитудиналној оријентацији узорка је вишеструко већа у односу на магнетизацију при нормалној оријентацији узорка у односу на правац деловања магнетног поља. При лонгитудиналној оријентацији узорка, при јачини поља од 265 Oe ($\approx 21,1$ kA/m), магнетизација износи 217 emu/g, док је за исту ту вредност магнетног поља при нормалној оријентацији за око 62 пута мања ($\approx 3,5$ emu/g). Даљим повећавањем магнетног поља, при лонгитудиналној оријентацији узорка, магнетизација врло мало расте, а око 1 kOe ($\approx 79,6$ kA/m) улази у магнетно засићење и износи 225 emu/g. При истој вредности магнетног поља за нормалну оријентацију узорка магнетизација је око 18 пута мања ($\approx 12,4$ emu/g). За вредност $H = 10$ kOe (≈ 796 kA/m), узорак постављен нормално у односу на поље и даље није у магнетном засићењу, а због дубоког засићења при лонгитудиналној оријентацији, имамо да је:

$$\frac{M_s^{\text{лонгитудинално}}}{M_s^{\text{нормално}}} = \frac{229 \text{ emu/g}}{94 \text{ emu/g}} \approx 2,4.$$

Податак да је код нормално оријентисаног узорака у односу на правац деловања магнетног поља у одређеном подручју хистерезис инверзан, сугерише да је и положај осе лаке магнетизације од великог утицаја на настајање овог ефекта [43]. На основу испитивања утицаја магнетног поља на положај узорка, може се закључити да се положај лаке осе магнетизације налази у равни траке и блиска је лонгитудиналној оријентацији, док је оса тешке магнетизације нормална на раван траке. Инверзна магнетна хистерезисна петља настаје као последица већег утицаја магнетно тврђе компоненте која се формира у површинској зони материјала (при нормалној оријентацији магнетног поље у односу на узорак).

4.2.2.2 Утицај облика узорка на магнетизацију

Испитивањем облика узорка на магнетизацију, установљено је да су најбоља магнетна својства код узорка легуре у облику танке и дугачке траке (дужина 15 mm, ширина 1,5 mm, дебљина 55 μm (сл. 92, дијаграм а)). Дељењем узорка на три једнака дела која се постављају један на други, дошло је до смањења магнетизације засићења (сл. 92, дијаграм б)). Ово сугерише да се расподела магнетизације дуж траке одвија слично као и код аморфних жица [178], где је на крајевима лонгитудинална компонента магнетизације мања него у средишњем делу жице. Лонгитудинална компонента магнетизације (у случају када је трака подељена на три дела) се заправо смањује у сваком новонасталом крају појединих делова траке, што доприноси да се и укупна магнетизација смањи у односу на претходно мерену целу траку. У вези са тиме, очекивано је магнетизација засићења најмања код потпуно иситњених и случајно поређаних делова узорка у носачу узорка (сл. 92, дијаграм в)). Овде је поред утицаја расподеле магнетизације у сваком изломљеном делу, додатни утицај имао и различити положај сваког изломљеног дела у односу на смер магнетног поља. Резултантна лака оса магнетизације за целу групу изломљених делова траке зависи од распореда иситњених делова и обично се разликује од лаке осе магнетизације целе траке.



Сл. 92 Магнетна хистерезисна крива за узорке различитих облика: а) дужина 15 mm, дебљина 55 μ m б) дужина 5mm, дебљина 165 μ m и в) узорак иситњен и случајно распоређених делова.

У инсерту са сл. 92 приказане су хистерезисне криве у близини координационог почетка за узорак дужине 15 mm, 5 mm и узорак са случајно распоређеним деловима, чији су параметри дати у табели IX. Резултати показују да магнетни хистерезиси нису симетрични, тј. да је изражен ефекат помераја магнетне хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу, а као последица антиферромагнетне изменске интеракције између магнетно мекше и магнетно тврђе компоненте. Ефекат је израженији код узорка са случајно поређаним деловима, јер се повећао утицај површинске магнетизације, тј. магнетно тврђе компоненте на изменску интеракцију. Поред тога, уочено је да је реманентна масена магнетизација M_r највећа код најдужег и компактног узорка. Дакле, изменска интеракција доприноси да је и $|M_{r1}| \neq |M_{r2}|$ за сваки мерени узорак.

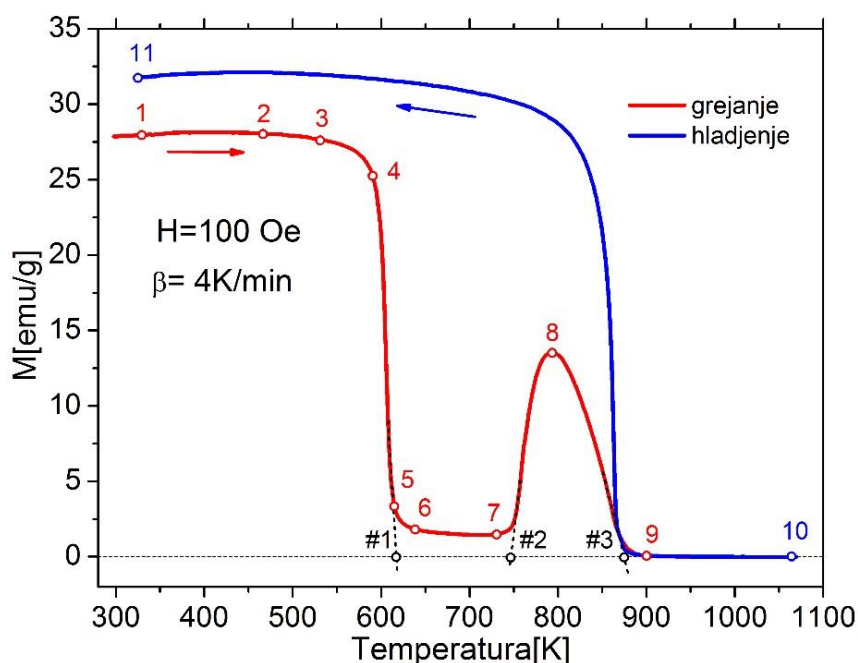
Табела IX – Магнетна својства узорка различитих облика

Облик дужина, ширина	H_{c1} (Oe)	H_{c2} (Oe)	H_c (Oe)	H_{eb} (Oe)	M_{r1} (emu/g)	M_{r2} (emu/g)	$M_{(за\ 800\ Oe)}$ (emu/g)
15 mm, 50 μ m	-5,91	3,94	4,925	-0,985	13,11	-8,80	223,77
5 mm, 165 μ m	-1,50	6,59	4,045	2,545	1,53	-6,27	138,81
случајно распор.	-11,89	5,69	8,79	-3,1	3,54	-1,75	109,33

4.2.2.3 Термомагнетна мерења легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

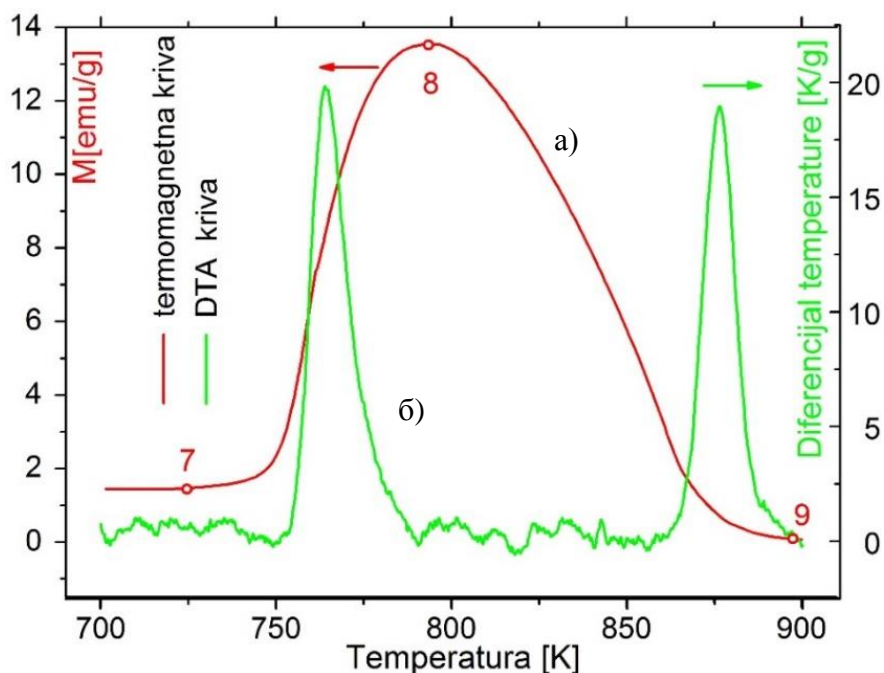
Термомагнетна мерења легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ реализована су неизотермним загревањем, брзином од 4 K/min у магнетном пољу јачине 100 Oe ($\approx 7,96$ kA/m) (сл. 93).

Анализом термомагнетне криве (сл. 93), може се приметити да структурне промене индуковане загревањем материјала утичу на магнетизацију мереног узорка. До тачке **1** (335 K) крива практично стагнира, тј. магнетизација је без промене, затим до тачке **2** (470 K) благо расте, а затим благо опада до тачке **3** (530 K). Изглед криве од тачке **1** до **3** сугерише да загревањем легуре у магнетном пољу до температуре 530 K долази до структурне релаксације, чиме се отклањају заостала механичка напрезања и смањују слободне запремине које су настале током брзог хлађења растопа легуре на ротирајућем диску. Од тачке **3** (530 K) до тачке **4** (590 K) уочава се убрзано смањење магнетизације са повећањем температуре, што је још израженије загревањем узорка до тачке **5** (610 K), након које до тачке **6** (635K) блажи пад магнетизације, која је задржала нешто већу вредност од нуле до тачке **7** (730 K). Ово је последица достигнуте Киријеве температуре аморфне фазе која износи **615 K** (тачка #1), док је мала вредност задржане магнетизације последица у мањој мери присутне кристалне фазе у полазној легури. Даљим загревањем структурне трансформације се одвијају у виду преласка аморфне у кристалну фазу, који се огледа у виду пика са максимумом у тачки **8** (800 K) и минимумом у тачки **9** (900K). Временски интервал од **745 K** (тачка #2) до **875 K** (тачка #3), могу се сматрати почетком и крајем кристализационих процеса, а температура од **875 K** Киријевом температуром потпуно кристализоване легуре. Овај пик је код DTA анализе при $\beta = 5$ K/min, манифестован као два егзотермна пика у приближно истом температурном интервалу (сл. 74 и сл. 92). Даљим повећавањем температуре до тачке **10** (1073 K), $M \approx 0$ emu/g. Према задатом програму, легура је на 1073 K одгревана још 10 мин, након чега је температура смањивана истом брзином као и при загревању ($\beta = 4$ K/min). С обзиром на то да је легура у потпуности искристалисала, смањивањем температуре испод Киријеве (875 K), магнетизација бележи нагли раст. Њена вредност је до тачке **11** (блиска почетној температури) при свакој температури већа у односу на магнетизацију при истој температури у поступку загревања, што је последица промењене структуре легуре.



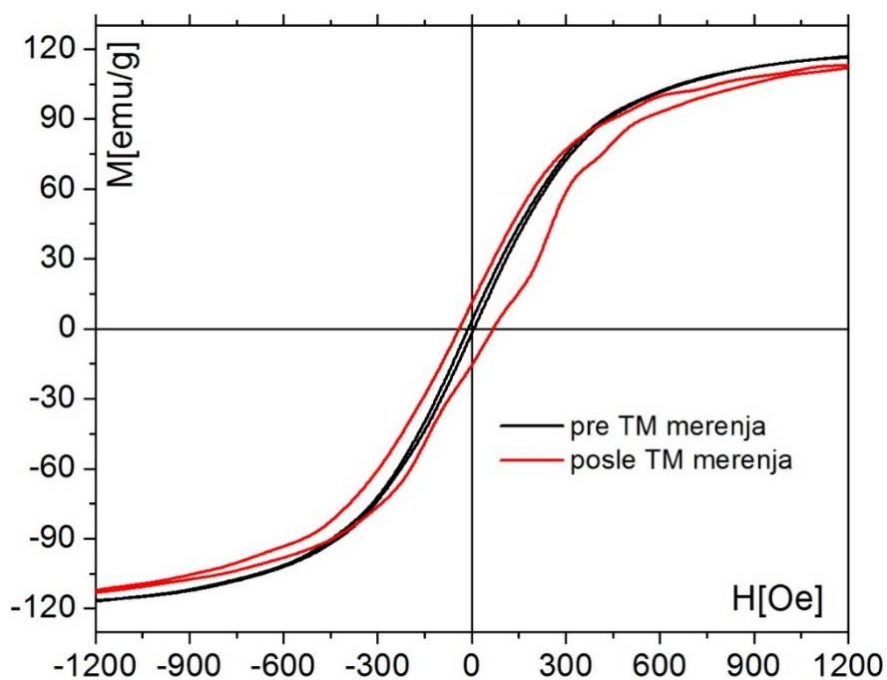
Сл. 93 Термомагнетна крива легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ при магнетном пољу од 100 Oe ($\approx 7,96$ kA/m) и $\beta = 4$ K/min.

На сл. 94 приказани су делови термомагнетне и ДТА криве, где се јасно уочава њихова корелисаност у опсезима температура при којима се одвијају кристализациони процеси легуре.



Сл. 94 Приказ кристализационог интервала легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$: а) термомагнетни третман при $\beta = 4$ K/min (цвена крива) и б) ДТА анализом при $\beta = 5$ K/min (зелена крива).

Испитивањем легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ другим методама (SQUID и Фарадејева вага), установљено је да су магнетна својства побољшана код узорка одгреваних температуром од 773 K и да се даљим одгревањем, тј. вишим температурама одгревања она деградирају. Резултати мерења магнетне хистерезисне криве, методом VSM пре и после термомагнетног третмана (сл. 95), очекивано су показали да су магнетна својства деградирана након загревања легуре до 1073 K.



Сл.95 Магнетна хистерезисна крива снимљена методом VSM пре и после термомагнетног третмана до 1073 K.

4.2.3 Магнетна својства мерена Фарадејевом вагом

Фарадејевом вагом мерен је тренд промене изгледа магнетног хистерезиса у првом квадранту система $M(H)$ у зависности од дужине неодгреваног узорка при лонгитудиналном положају узорка у односу на правац деловања магнетног поља. Такође, за исти положај узорка испитиван је утицај температуре одгревања на магнетизацију материјала.

4.2.3.1 Испитивање утицаја дужине узорка траке на изглед магнетног хистерезиса методом Фарадејеве ваге

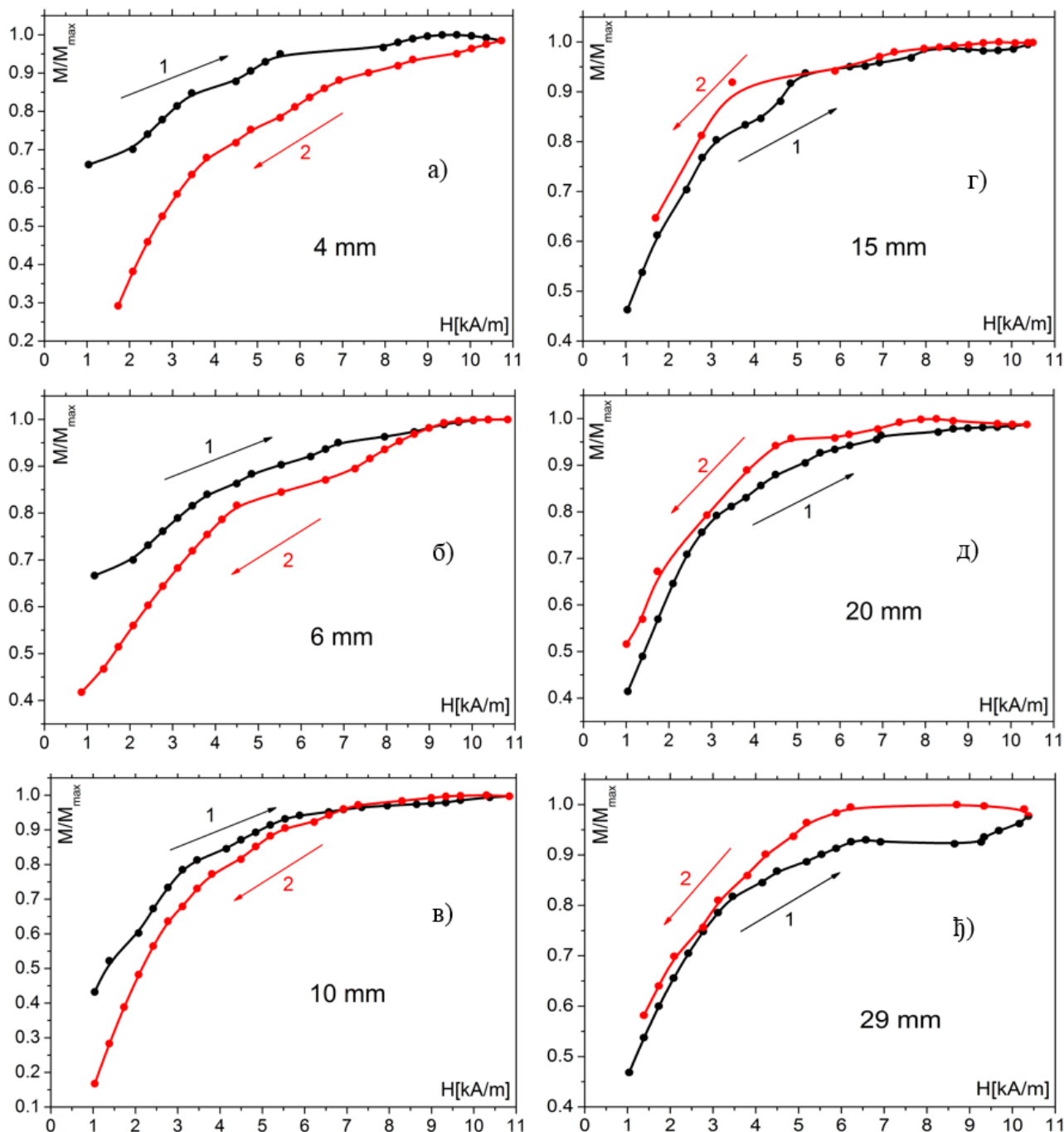
Испитивање утицаја дужине траке узорка на магнетизацију вршено је методом Фарадејеве ваге где је током експеримента узорак био лонгитудиналне оријентације у односу на магнетно поље, по шеми са сл. 57 а). С обзиром на то да су приликом мерења магнетне хистерезисне петље другим, савременијим методама, за исти састав траке при различитим дужинама хистерезиси били инверзни или нормални, дошло се до идеје да се испита утицај дужине узорка овом методом. Наиме, при мерењу магнетне хистерезисне криве методом SQUID, дужина узорка је била 6 mm, док је дужина узорка при мерењу методом VSM била 15 mm.

Овом методом је у суштини мерен тренд промене магнетизације у зависности од магнетног поља у првом квадранту. Код танких трака и филмова установљено је различито магнетно понашање узорка у површинској зони траке у односу на унутрашњост [39, 40]. Имајући у виду да се површинска магнетизација формира у одређеној зони као магнетно тврђа компонента у односу на запреминску магнетизацију, повећање односа (P/V) , које се постиже смањивањем само дужине узорка, (шта је у сагласности са једначином (37)), праћено је повећањем утицаја површинске компоненте магнетизације на укупну магнетизацију. У табели X приказане су вредности промене P/V за дужине траке од $a_0 = 29$ mm до $a_5 = 4$ mm, где се овај однос мења према једначини (37). Овде треба нагласити да је разлика односа површинске и запреминске магнетизације знатно већа у односу на однос површине и запремине траке при мењају само дужине траке јер се површинска магнетизација формира у одређеној зони, а не на самој површини траке.

Табела X Разлика односа P/V за траке различитих дужина

i	a (mm)	b (mm)	c (mm)	P (mm ²)	V (mm ³)	P/V (mm ⁻¹)	$(P_i / V_i) - (P_0 / V_0)$ (mm ⁻¹)
0	29	1,5	0,055	90,355	2,3925	37,76594	-
1	20	1,5	0,055	62,365	1,65	37,79697	0,031
2	15	1,5	0,055	46,815	1,2375	37,8303	0,064
3	10	1,5	0,055	31,265	0,825	37,89697	0,131
4	6	1,5	0,055	18,825	0,495	38,0303	0,264
5	4	1,5	0,055	12,605	0,33	38,19697	0,431

Мерењем магнетизације Фарадејевом вагом, уочено је да се са порастом магнетног поља до максималне вредности од 10,7 kA/m, привлачна сила повећа 3 – 4 пута у односу на узорак који претходно није излаган деловању магнетног поља. На сл. 96, дијаграми а), б) и в) показују да је магнетна хистерезисна крива инверзног тренда, где су траке дужине 4 mm, 6 mm и 10 mm редом. Овај феномен није уочен код узорака дужих од 10 mm (сл. 96 г), д) и њ)). Такође код узорка легуре $Fe_{72}V_4Cu_1Si_{15}B_8$ дужине 10 mm уочена је тачка ($\approx 6,7$ kA/m), када магнетни хистерезис прелази из инверзног у нормалан смер (NRM у PRM). Претходно наведено указује да за траку ове легуре, ширине 1,5 mm и дебљине 55 μ m, дужина од 10 mm је гранична, испод које се у узорку јавља инверзна магнетна хистерезисна крива.

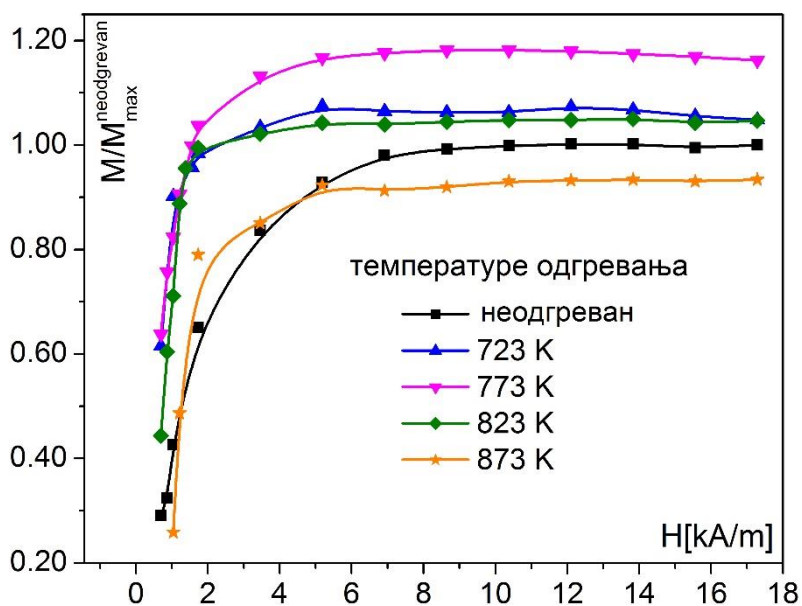


Сл. 96 Тренд промене магнетизације у зависности од магнетног поља мерен Фарадејевом методом за различите дужине неодреваних узорака легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$

Резултати добијени методом Фарадејеве ваге, су показали да се инверзна магнетна хистерезисна крива јавља у испитиваном узорку при одређеним димензијама. Ово сугерише да важну улогу има површинска зона траке где се јавља магнетизација магнетно тврђе компоненте [39, 40]. Магнетно мекша компонента се јавља у унутрашњости узорка [39,40], при чему се смањивањем дужине узорка повећава утицај површинског слоја, тако да до ефекат уочен при односу површине и запремине траке који приближно износи $37,9 \text{ mm}^{-1}$.

4.2.3.2. Испитивање утицаја температуре одгревања узорка на магнетизацију Фарадејевом вагом

Утицај магнетног поља на магнетизацију одгрених узорка траке $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ Фарадејевом методом рађена је при лонгитудиналном положају узорка у односу на правац деловања магнетног поља, које је генерисано Хелмхолцовим калемова према сл. 57 б). Референтна вредност у односу на коју је поређена промена магнетизације је била максимална вредност магнетизације за неодгрени узорак траке. Сви узорци су мерени са постепеним порастом магнетног поља до $H=17,3 \text{ kA/m}$. Резултати су приказани на сл. 97, где се уочава да узорак улази у магнетно засићење при вредности поља 6-8 kA/m . Такође, уочава се да нормализована вредност магнетизације засићења расте са порастом температуре одгревања до 773 K, а са даљим порастом температуре, она опада. Исти тренд промене магнетизације у односу на температуру одгревања добијен је и методом SQUID (сл. 86 и сл. 87). Фарадејевом методом је уочено да је и максимално повећање магнетизације засићења за око 18% (за $T_a=773 \text{ K}$) у односу на неодгрени (полазну) легуру.



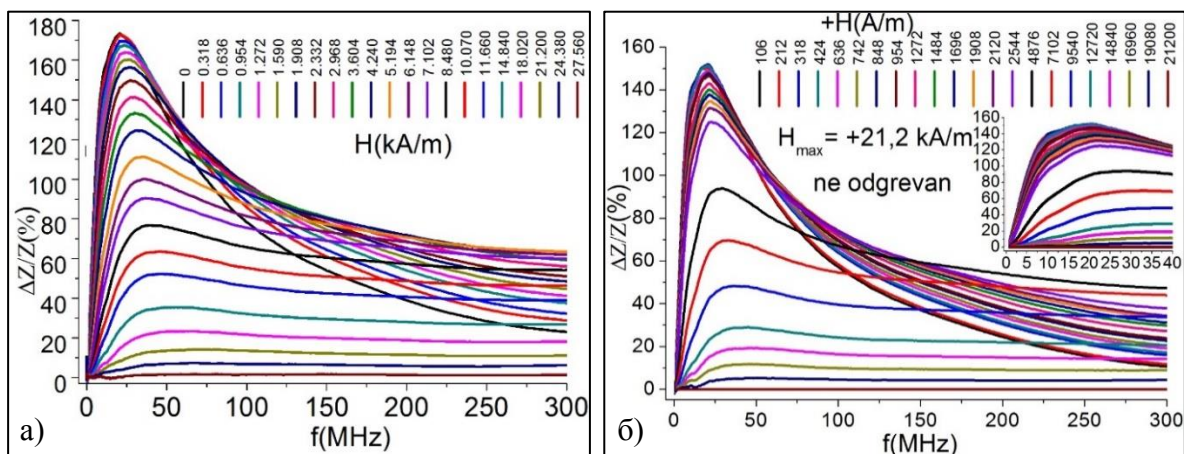
Сл. 97 Нормализована вредност магнетизације (у односу на максималну магнетизацију неодгрених легура) за узорке одгрение на 723 K, 773 K, 823 K и 873 K.

Утицај структурних промена на промену магнетизације детаљније је описано при опису резултата добијених методом SQUID, али је методом Фарадејеве ваге испитиван утицај температуре са мањим прираштајем температуре одгревања.

4.2.5 Магнетно-импедансни (МИ) ефекат

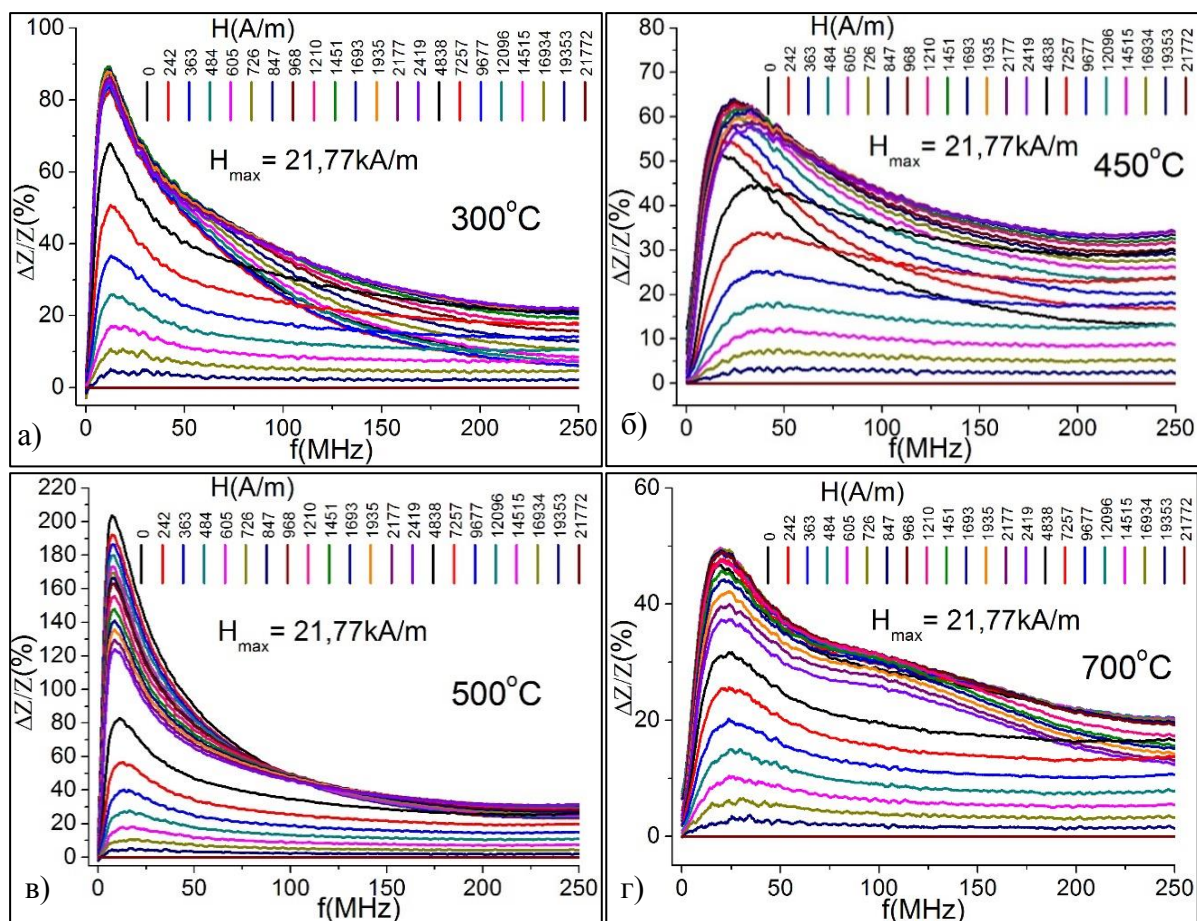
МИ ефекат је мерен за недгреван узорак и за узорке легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ облика траке одгреване на различитим температурама у атмосфери азота без деловања магнетног поља. Како би резултати били у међусобној корелацији, узорци су истовремено припремани за ову и друге методе (XRD, SEM, Месбауерову спектроскопију и SQUID). Узорци трака одгревани су различитим температурама у трајању од један сат. С обзиром на то да се рачунање МИ односа заснива на израчунавању релативног односа импедансе (описано у 2.4.4.), важно је напоменути да на величину ефекта утиче максимална вредност магнетног поља H_{max} , које делује на узорак током мерења. Максимално поље се прилагођава према могућностима мерне опреме, као и према областима примене испитиваних узорака. У зависности од изведбе и комплексности методе, вредност максималног магнетног поља и корак мерења се оптимизују након првих неколико мерења. Дакле, што је максимално поље веће, то ће и МИ однос бити виши те уколико се пореде резултати, потребно их је свести на исте вредности максималног магнетног поља. Мерење ефекта је описано у поглављу (3.3), а резултати су добијени мерењем ефекта у магнетном пољу које је деловало у једном смеру (+), а потом у супротном (-). Потребно је водити рачуна о промени магнетног поља, тј. потребно је обезбедити његов континуалан раст због елиминисања негативног утицаја реверзибилне магнетне пермеабилности на резултате мерења.

На сл. 98 а) приказан је МИ однос у зависности од фреквенције до $H_{max}= 28,6$ kA/m који за ову вредност магнетног поља износи 173 % при фреквенцији од 20,46 MHz. Када се за исте резултате прорачуни сведу на максималну вредност магнетног поља до 21,2 kA/m, максимална вредност МИ односа износи 153% при фреквенцији од 18,55 MHz (сл. 98 б)). Каснијим анализама биће испитивана линеарност ефекта, где ће вредности максималног поља бити знатно ниже, а тиме и МИ односа.



Сл. 98 МИ однос полазне легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ у функцији фреквенције:
а) до $H_{max}= 28,6$ kA/m, б) до $H_{max}= 21,2$ kA/m [11]

Анализом резултата добијених испитивањем МИ односа, у зависности од фреквенције (сл. 98 и сл. 99) и магнетног поља (сл. 100) за неодгреван узорак и узорке одгреване на различитим температурама, уочено је да су дијаграми сличног облика, али различитих вредности МИ односа при истим вредностима максималног магнетног поља. Структурне промене индуковане одгревањем утичу на максималне вредности МИ односа, које су дате у табели XI.



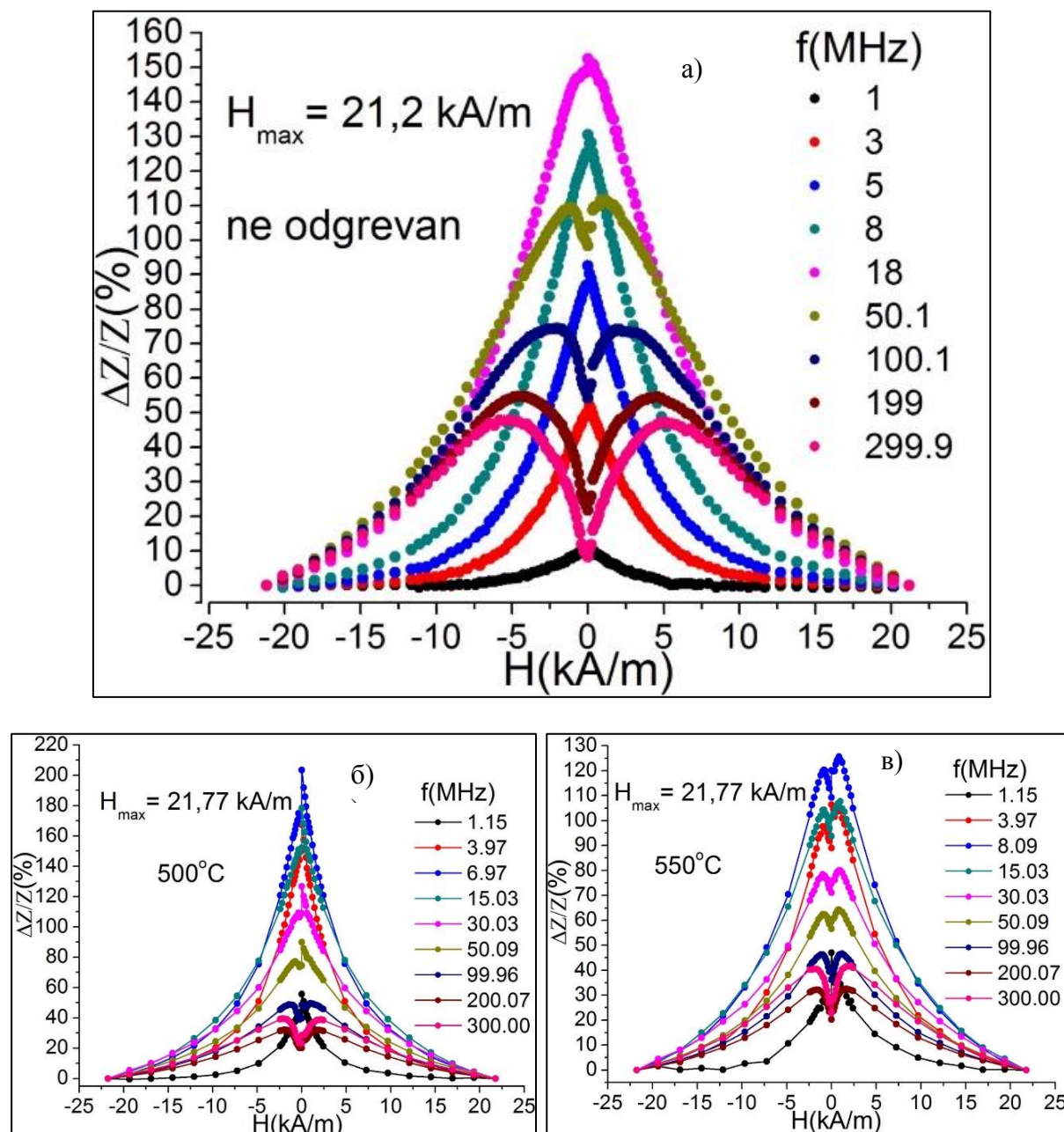
Сл. 99 МИ однос легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ у функцији фреквенције, за узорке одгреване на температурама: а) $300\text{ }^\circ\text{C}$, б) $450\text{ }^\circ\text{C}$ в) $500\text{ }^\circ\text{C}$ г) $700\text{ }^\circ\text{C}$.

Табела XI Максимални МИ однос при одређеној фреквенцији и магнетном пољу

Узорак	Позитивно магнетно поље			Негативно магнетно поље		
	МИ (%)	f (MHz)	H (A/m)	МИ (%)	f (MHz)	H (A/m)
неодгреван	153	18,55	0	150	16,24	106
одг. $300\text{ }^\circ\text{C}$	89	11,84	1451	87	12,78	1451
одг. $450\text{ }^\circ\text{C}$	64	24,4	847	60	29,46	968
одг. $500\text{ }^\circ\text{C}$	204	7,15	0	178	6,97	0
одг. $550\text{ }^\circ\text{C}$	126	8,09	847	120	7,53	847
одг. $700\text{ }^\circ\text{C}$	50	19,72	605	51	20,84	484

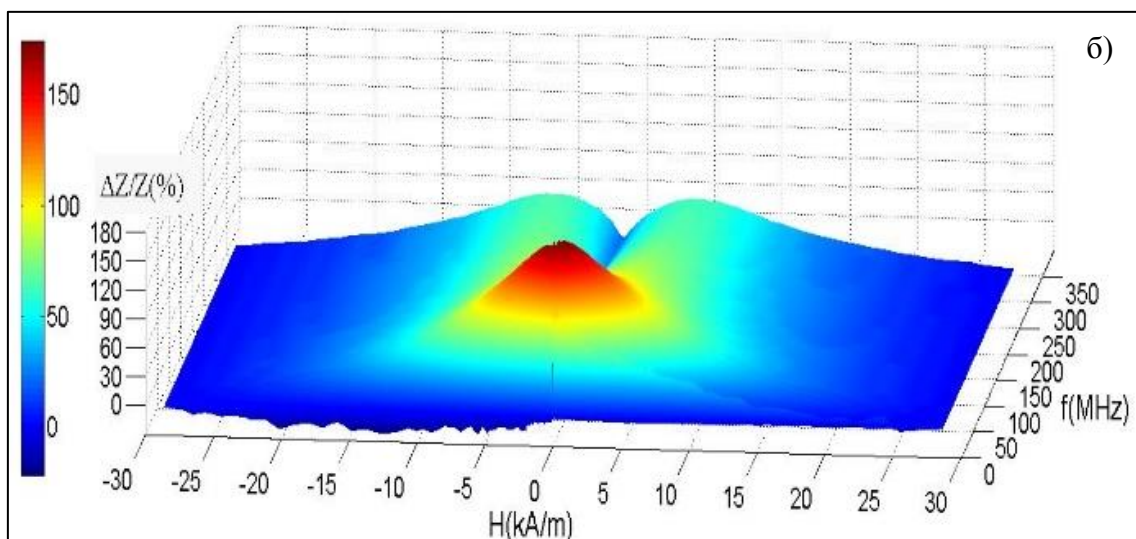
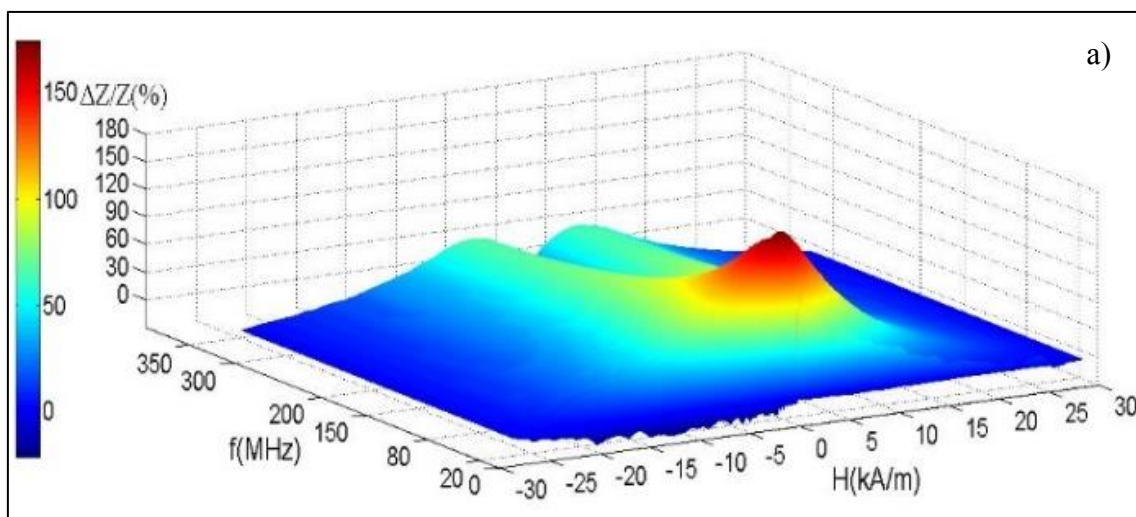
За узорак одгреван на $500\text{ }^\circ\text{C}$ максимални МИ однос износи 204 %, који је уочен при $f=7,15\text{ MHz}$, што је за 51 % веће у односу на максимални МИ однос неодгреваног узорка. Прорачун МИ односа рађен је за $H_{max} = 21,77\text{ kA/m}$ за одгреване, и $H_{max} = 21,2\text{ kA/m}$ за неодгревану легуру (због различитог корака пораста магнетног поља, резултати су сведени на приближно исту H_{max}). Из анализираних резултата, уочава се да дијаграми на сл. 100 нису симетрични за позитиван и негативан смер магнетног поља услед утицаја

реманентне магнетизације која се јавља у узорку услед претходног деловања магнетног поља.

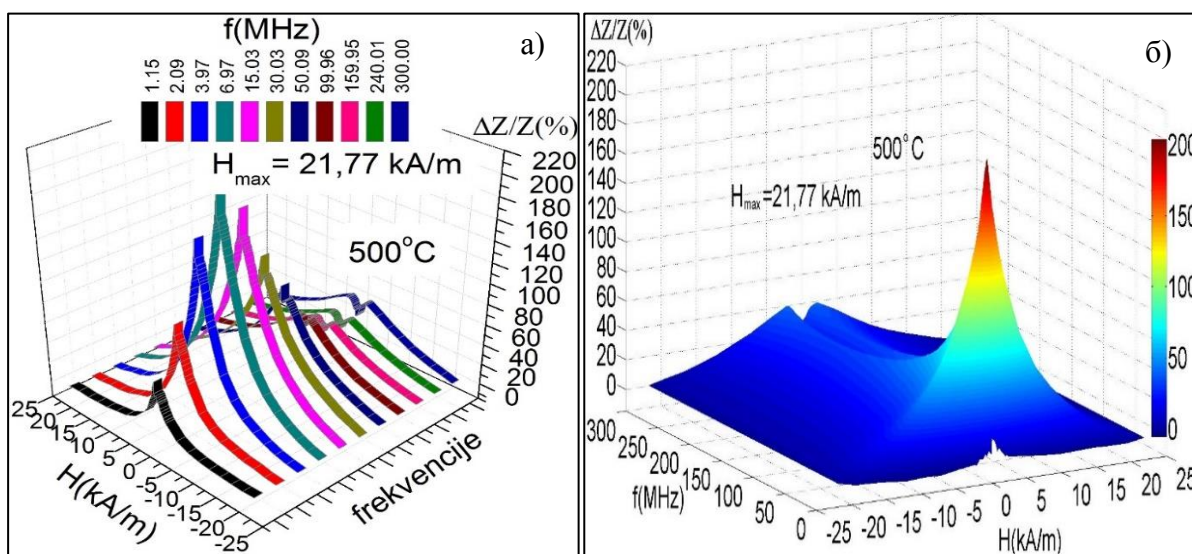


Сл. 100 МИ однос узорка легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ у зависности од магнетног поља за: а) неодгреван узорак [11], б) узорак одгреван на 500 °C и в) узорак одгреван на 550 °C.

Дијаграми на сл. 98 – сл. 100, могу се обједињено приказати једним 3-Д дијаграмом, што је за неодгреван узорак легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ приказано на сл. 101 а), б) и в) [11] и за узорак одгреван на 500 °C, на сл. 102 а) и б), где су јасније приказане максималне вредности МИ односа.



Сл. 101. 3-Д приказ МИ односа неодгреване легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ [11].



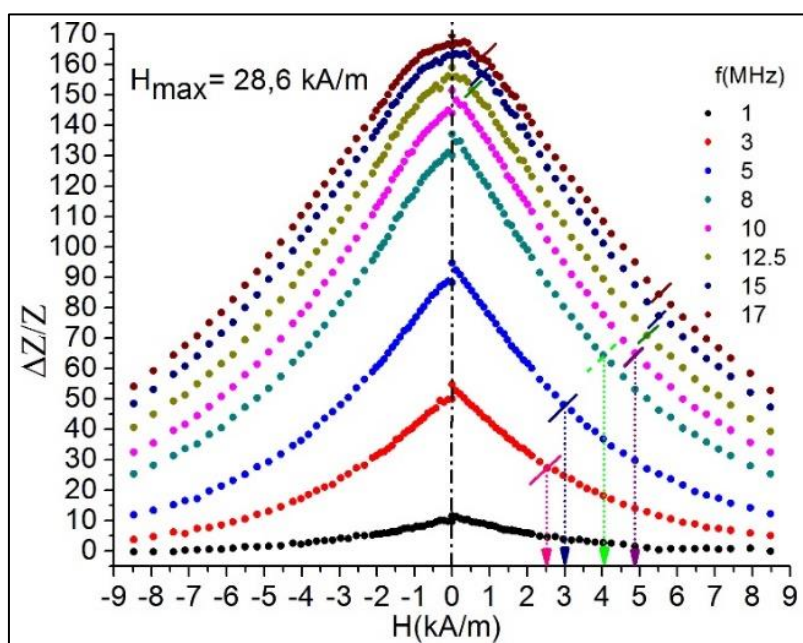
Сл. 102. 3-Д приказ МИ односа легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ одгреване на $500\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Дакле, при наредном циклусу мерења, за $H=0$, магнетни моменти су закрнути у смеру претходно делованог магнетног поља, што се одразило на вредност импедансе која је мања у односу на импедансу при истој вредности поља ($H=0$), на почетку претходно завршеног циклуса мерења. Анализом дијаграма на сл.100 – сл.102 уочено је да је максимална вредност магнетног поља при нижим вредностима примењеног поља (или управо за $H=0$). При нижим фреквенцијама, МИ однос углавном континуално опада са порастом магнетног поља, док при вишим фреквенцијама, МИ однос расте до одређене вредности, а потом опада са даљим порастом магнетног поља. За одређивање максималне вредности МИ односа, пожељно је да у областима максимума буде што мањи корак промене магнетног поља и фреквенције. Такође, регистроване су нешто различите максимале вредности МИ односа за циклус мерења у једном, а потом у супротном смеру магнетног поља, што је приказано у табели XI.

Познато је да се повећањем фреквенције повећава и импеданса, али истовременим деловањем магнетног поља њихов збиран учинак има за последицу повећање или смањење вредности МИ односа. Наиме, повећањем поља, повећава се дубина продирања δt у узорку, насупрот утицаја фреквенције која смањује дубину продирања (једначина 20).

4.2.5.1. Испитивање линеарности МИ-односа

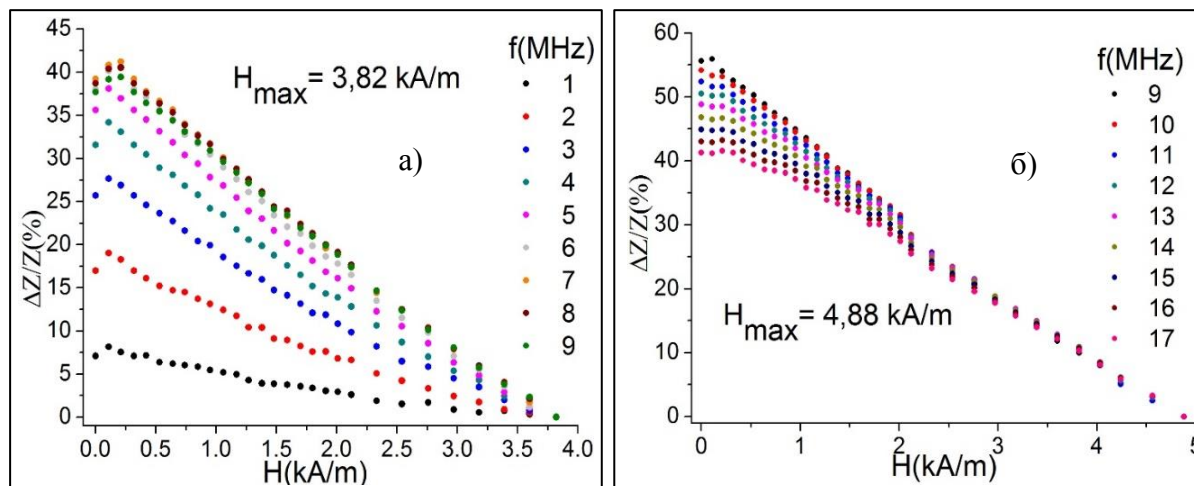
На дијаграмима на сл.100 – сл.102 могу се јасно уочити одређене линеарне области МИ односа па је потребно извршити анализу линеарности и на тај начин добити закључке о могућности примене траке као МИ сензора магнетног поља. Крива је приближно линеарна у одређеним областима где је МИ однос растући или опадајући у зависности од примењеног магнетног поља и фреквенције. За неодгревану легуру $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ при порасту фреквенције до 17 MHz, МИ однос је максималан за области магнетног поља блиске нули (сл. 103 и сл. 104), а са даљим порастом магнетног поља вредност МИ односа опада.



Сл. 103 Области испитиване линеарности опадајућег МИ односа у функцији магнетног поља при $H_{max} = 28,6$ kA/m за извојене фреквенције

На основу претходно наведеног, погодно је анализирати област магнетног поља при коме је крива МИ односа линеарно падајућа или растућа.

За неодгреван узорак легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$, урађене су анализе линеарности МИ односа, који је у опадању са порастом магнетног поља за $H_{max} = 3,82 \text{ kA/m}$ при фреквенцијама од 1 MHz до 9 MHz (сл. 104 а)) и за $H_{max} = 4,88 \text{ kA/m}$ при фреквенцијама од 9 MHz до 17 MHz (сл. 104 б)).



Сл.104 Анализа линеарности неодгреване легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ за: а) $H_{max} = 3,82 \text{ kA/m}$ и од 1 MHz до 9 MHz и б) $H_{max} = 4,88 \text{ kA/m}$ и од 9 MHz до 17 MHz.

Осетљивости МИ односа траке легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ за одређене фреквенције приказане су у табели XII. Из приказаних дијаграма уочава се задовољавајућа линеарност и највећа осетљивост при фреквенцији од 9 MHz и H_{max} до 4,88 kA/m ($\xi \approx 26\% / (\text{kA/m})$). За испитану линеарности H_{max} до 3,82 kA/m, најбољи резултат је при фреквенцији од 7 MHz ($\xi \approx 22\% / (\text{kA/m})$).

Табели XII Осетљивости МИ односа неодгреване траке легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ за $H_{max} = 3,82 \text{ kA/m}$ и $H_{max} = 4,88 \text{ kA/m}$

Позитивно поље				
f(MHz)	H_{max} (kA/m)	ΔH^* (kA/m)	МИ _{max} (%)	ξ [%/(kA/m)]
1	3,82	1,35	8,16	6,04
7	3,82	1,86	41,22	22,16
9	3,82	1,9	39,43	20,75
9	4,88	2,25	55,94	26,02
17	4,88	2,65	41,59	15,7

* ΔH - разлика магнетног поља на половини максимума МИ односа

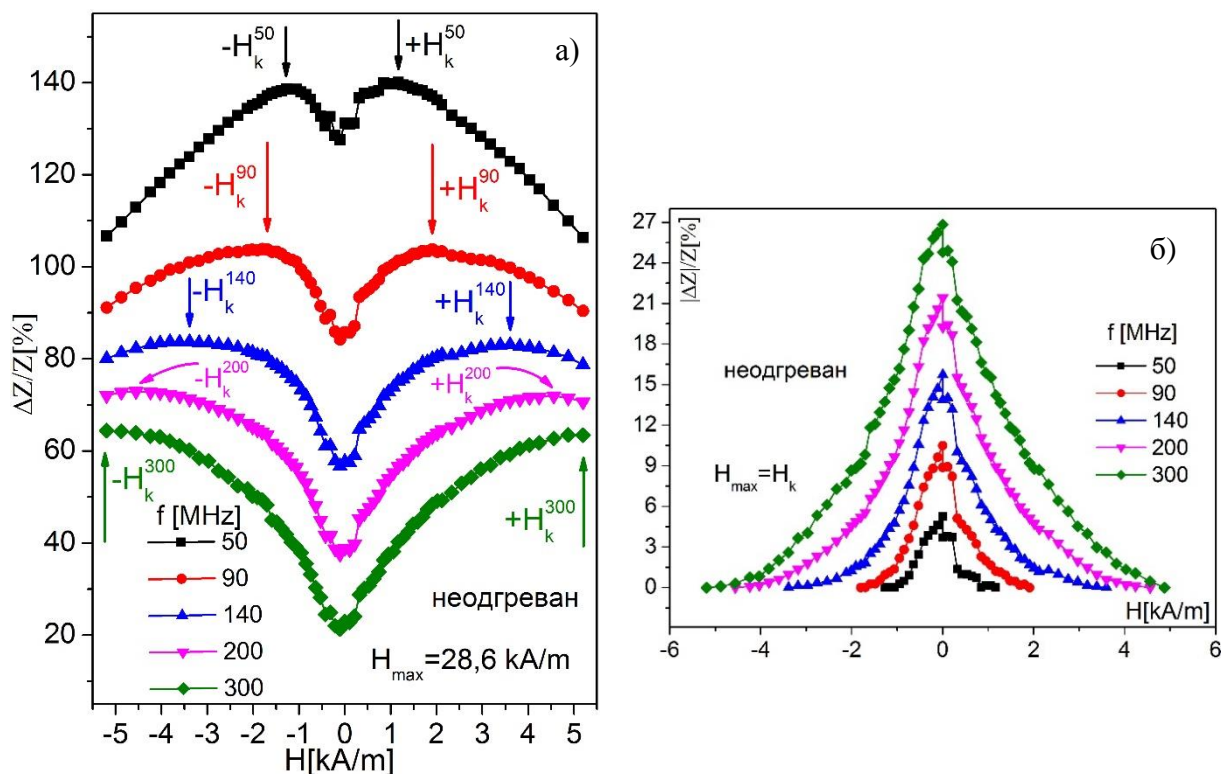
Максимум МИ односа на вишим фреквенцијама се достиже на вишој вредности магнетног поља. Ово поље назива се поље магнетне анизотропије H_k (за разлику од нижих фреквенција где је максималан МИ однос обично на $H \approx 0$). Примећено је да се H_k

повећава са повећањем фреквенције, док се вредност максимума МИ односа смањује, што је дато на сл. 105 а).

При анализи линеарности за $H_{max} = H_k$, МИ однос је рачунат једначином:

$$|\Delta Z|/Z(\%) = 100\% \cdot \frac{|Z(H) - Z(H_k)|}{Z(H_k)} \quad (38)$$

За неодревани узорак, при фреквенцијама од 50 MHz до 300 MHz извршена је анализа линеарности за $H_{max} = H_k$ (сл. 105 б)), према једначини (38). Уочено је да су резултати приближно симетрични при промени смера магнетног поља, али да је код израженијег поља магнетне анизотропије крива приближно линеарна при фреквенцијама од 200 MHz до 300 MHz.



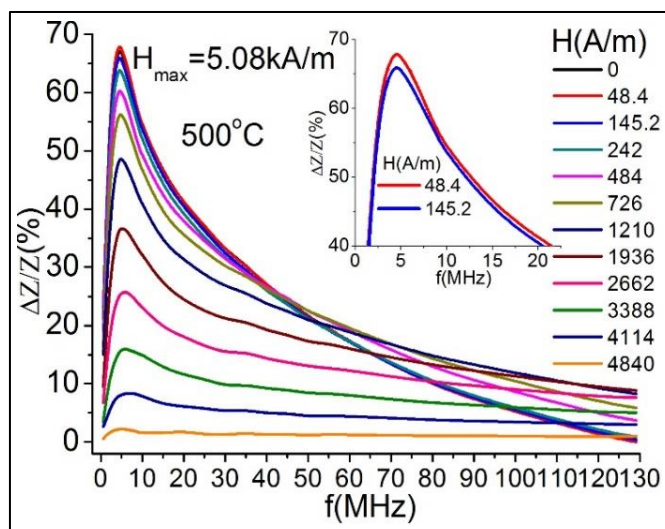
Сл. 105 Испитивање линеарности растућег МИ односа неодреване легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ при $f = 50 \text{ MHz} \div 300 \text{ MHz}$, до: а) $H_{max} = 28,6 \text{ kA/m}$ и б) $H_{max} = H_k$.

Линеарност није задовољавајућа у близини H_k , те се може закључити да је за ове високе вредности фреквенција, МИ однос задовољавајуће линеаран у интервалу од 0 до $2/3H_k$. Преглед осетљивости МИ односа и вредности H_k дати су у табели XIII.

Табела XIII Осетљивости МИ односа неодреване траке легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ за $H_{max} = H_k$ при $f = 200 \text{ MHz}$ и 300 MHz

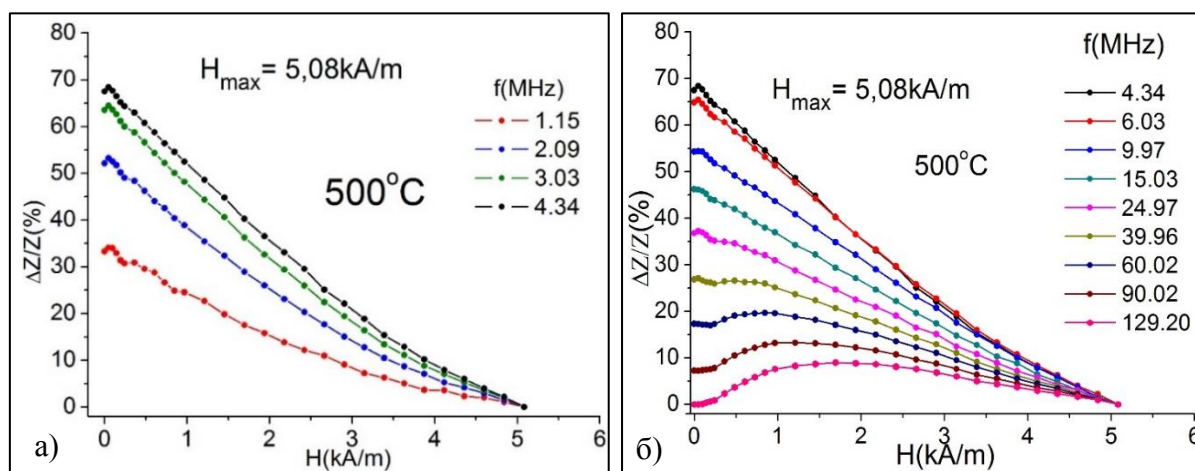
f(MHz)	Позитивно поље				Негативно поље			
	+ H_k (kA/m)	ΔH (kA/m)	МИ _{max} (%)	ξ [%/(kA/m)]	- H_k (kA/m)	ΔH (kA/m)	МИ _{max} (%)	Ξ [%/(kA/m)]
200	4,56	1,06	19,42	18,32	-4,56	0,95	19,25	20,26
300	4,88	1,43	24,89	17,40	-5,19	1,43	26,84	18,77

МИ однос је испитиван код узорка трака одржаних на температурама: 300 °C, 450 °C, 500 °C, 550 °C и 700 °C. Одржењем узорка на 500 °C постигнут је најбољи МИ однос (таб. XI и сл. 100 б) и 102), па је стога је испитана линеарност за узорак одржан на овој температури. На поменутих дијаграмима уочава се да није изражено поље магнетне анизотропије (H_k), као и то да је при нижим вредностима поља крива МИ односа изразито линеарна. С тим у вези за овај узорак, израчунат је МИ однос до $H_{max} = 5,08 \text{ kA/m}$ (сл. 106 и сл. 107) и до $H_{max} = 2,9 \text{ kA/m}$. (сл. 108). За обе вредности магнетног поља уочено је да је МИ однос при фреквенцијама до 4,34 MHz у порасту, а изнад те фреквенције у опадању. На сл. 106 приказана је зависност МИ односа од фреквенције за магнетна поља до $H_{max} = 5,08 \text{ kA/m}$, где је максималан МИ однос 68,4 % за $H = 48,4 \text{ A/m}$ при $f = 4,34 \text{ MHz}$.



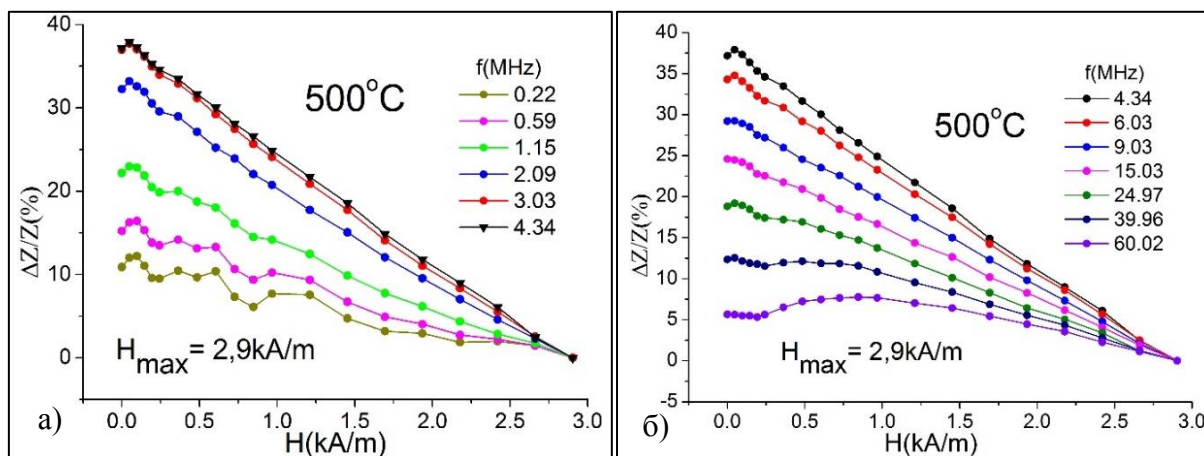
Сл. 106 Зависност МИ односа од фреквенције при различитим вредностима магнетног поља легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ одржане на 500 °C за $H_{max} = 5,08 \text{ kA/m}$.

Анализом МИ односа узорка на 500 °C, (сл. 107) установљено је да је при фреквенцијама од 2,09 MHz до 15,03 MHz линеарност задовољавајућа. Такође, уочено је да се линеарност благо нарушава за поља већа од 3 kA/m, те је због тога извршено испитивање линеарности за $H_{max} = 2,9 \text{ kA/m}$ (сл. 108).



Сл. 107 Испитивање линеарности МИ односа одржане легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ на 500 °C, за $H_{max} = 5,08 \text{ kA/m}$ при: а) фреквенцијама 1,15 ÷ 4,34 MHz и б) фреквенцијама 4,34 MHz ÷ 129,20 MHz.

МИ однос за $H_{max} = 2,9$ kA/m, износи 37,9% (при $f = 4,43$ MHz) (сл. 108). На сл. 108 а) приказан је МИ однос који расте, при $f = 0,22$ MHz ÷ 4,43 MHz, док је на сл. 108 б) приказан падајући МИ однос, при $f = 4,43$ MHz ÷ 60,02 MHz. Анализом линеарности одгреване легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ на 500 °C, установљено је да је легура задовољавајуће линеарна при фреквенцијама од 2,09 MHz до 9,03 MHz. Осетљивост МИ односа за испитиване узорке за $H_{max} = 2,9$ kA/m и $H_{max} = 5,08$ kA/m одгреване на 500 °C приказана је у табели XIV, где се може закључити да је при фреквенцији од 4,34 MHz највећа осетљивост МИ односа.



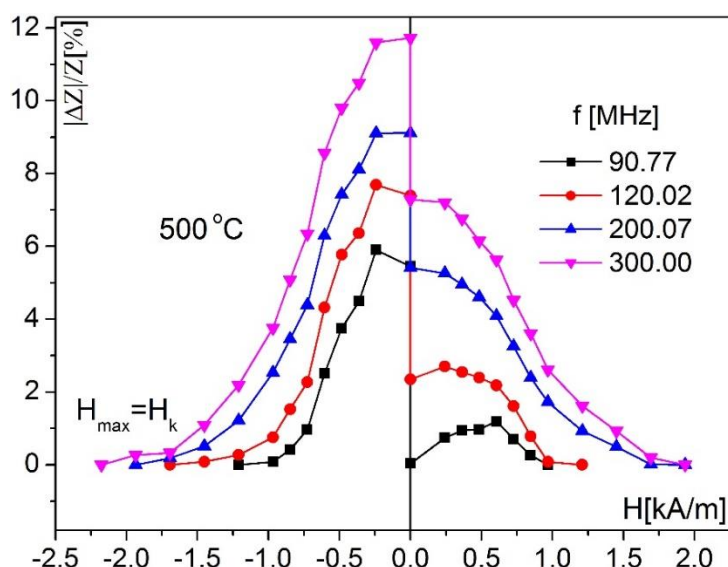
Сл. 108 Испитивање линеарности МИ односа до $H_{max} = 2,9$ kA/m при:
 а) фреквенцијама 0,22 ÷ 4,34 MHz и б) фреквенцијама 4,34 MHz ÷ 60,02 MHz.

Табели XIV Осетљивости МИ односа траке легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ одгреване на 500 °C
 за H_{max} до $H_{max} = 2,9$ kA/m и $H_{max} = 5,08$ kA/m

Позитивно поље				
f (MHz)	H_{max} (kA/m)	ΔH (kA/m)	МИ _{max} (%)	ξ [%/ (kA/m)]
2,09	2,9	1,3	33,21	25,54
4,34	2,9	1,4	37,93	27,09
9,03	2,9	1,48	29,24	19,75
2,09	5,08	1,95	53,23	27,3
4,34	5,08	2,1	68,41	32,57
9,03	5,08	2,3	56,67	25,43

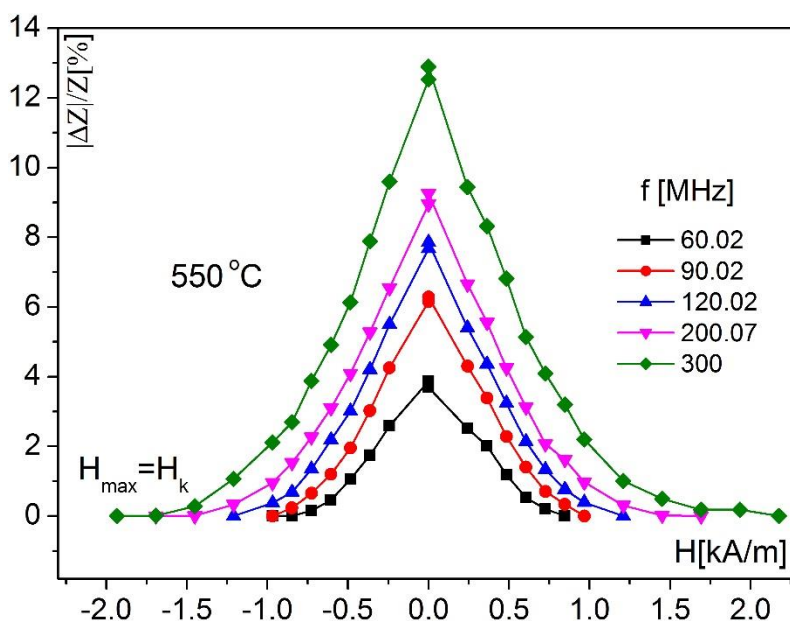
За легуру $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ одгревану на 500 °C при $H_{max} = H_k$, резултати су приказани на сл. 109.

У поређењу са неодгреваном легуром поље магнетне анизотропије H_k је знатно мање, а нелинеарност је изразита, доминантно код позитивног смера магнетног поља. Даље, уочена је и изразита несиметрија кривих МИ односа због утицаја реманентне магнетизације при мерењу другог циклуса (за негативан смер поља).



Сл. 109 Испитивање МИ односа легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ одгреване на $500\text{ }^\circ\text{C}$ за $H_{max} = H_k$, при $f = 90,77\text{ MHz} \div 300\text{ MHz}$

МИ однос легуре одгреване на $550\text{ }^\circ\text{C}$ мањи је у односу на узорак неодгреване траке (за око 30%), али је уочена изразита линеарност у области H_k , где је МИ однос растући. Из тог разлога, за ову легуру, извршена је анализа МИ односа за $H_{max} = H_k$ при фреквенцијама од 60,02 MHz до 300 MHz (сл. 110).



Сл. 110 Испитивање МИ односа легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ одгреване на $550\text{ }^\circ\text{C}$ за $H_{max} = H_k$, при $f = 60,02\text{ MHz} - 300\text{ MHz}$

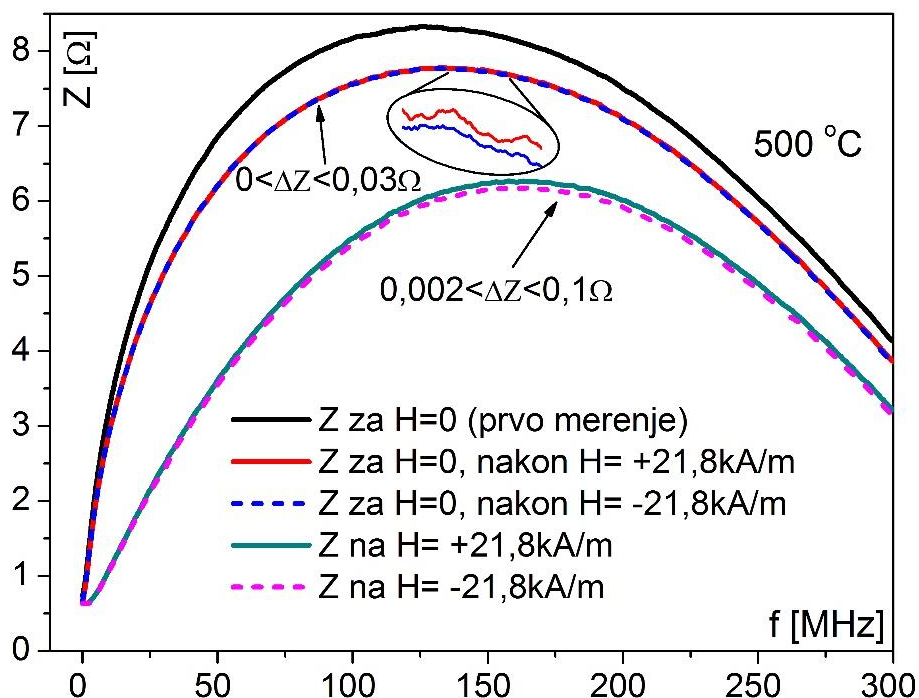
Анализом дијаграма са сл. 110 је потврђена изузетна линеарност у областима од 0 до $2/3 H_k$ код узорка одгреваног на $550\text{ }^\circ\text{C}$. Такође, уочена је и изузетна симетрија МИ односа позитивног у односу на негативан смер поља, што указује да је смањен утицај реманентне магнетизације на други циклус мерења. У табели XV приказане су вредности осетљивости МИ односа и H_k при фреквенцијама од 200 и 300 MHz, где се види да је осетљивост МИ односа већа код узорка одгреваног на $550\text{ }^\circ\text{C}$ у односу на неодгревани узорак.

Табели XV Осетљивости МИ односа траке легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ одгреване на $550\text{ }^\circ\text{C}$ за $H_{max}=H_k$ при $f=200\text{MHz}$ и 300MHz .

f(MHz)	Позитивно поље				Негативно поље			
	+ H_k (kA/m)	ΔH (kA/m)	МИ $_{max}$ (%)	ξ [%/(kA/m)]	- H_k (kA/m)	ΔH (kA/m)	МИ $_{max}$ (%)	Ξ [%/(kA/m)]
200	1,935	0,44	9,25	21,03	1,693	0,424	8,95	21,10
300	2,177	0,49	12,89	26,31	1,935	0,49	12,53	25,56

4.2.5.2 Утицај реманентне магнетизације на импедансу

Применом опције „замрзавања“ криве првог мерења импедансе (за $H=0$), при сваком наредном кораку мерења (при промени H), сваки је нови резултат поређен са првом кривом. Интересантно је приметити да је знатно нижа вредност измерене импедансе за исту вредност магнетног поља (за $H=0$) пре почетка мерења, и након завршетка мерења, након што је узорак (одгреван на $500\text{ }^\circ\text{C}$) намагнетисан пољем $H_{max}=+21,8\text{ kA/m}$ (сл. 111). Ово се објашњава утицајем реманентне магнетизације која је задржана у узорку након његовог магнетисања. Иста појава је примећена и за мерење током другог циклуса мерења до максималног магнетног поља од $H_{max}=-21,8\text{ kA/m}$. Поређењем кривих за $H=0$ након магнетисања материјала и у позитивном и негативном смеру ($H_{max}=\pm 21,8\text{ kA/m}$), као и вредности импеданси на максималним пољима у позитивном и негативном смеру уочене су незнатне разлике (ΔZ) [179].



Сл. 111 Приказ утицаја реманентне магнетизације на зависност импедансе Z од фреквенције f за траку легуре $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$, одгревану на $500\text{ }^\circ\text{C}$ [188].

Разлика у импедансама (ΔZ), за $H=0$ након магнетисања до максималних вредности поља износи: $0 < \Delta Z < 0,03\Omega$, док на $H_{max}=\pm 21,8\text{ kA/m}$ износи: $0,002 < \Delta Z < 0,1\Omega$. Ове разлике

потичу од мерне непрецизности инструмента који контролише струјни извор, у супротном линије би биле потпуно идентичне. Ова анализа сугерише, да сензор магнетног поља начињен од легуре $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ омогућава поновљивост мерења, с тим што је потребно пре сваког наредног мерења анулирати утицај реманентне магнетизације.

5. ЗАКЉУЧАК

У овој дисертацији карактерисана је легура у облику траке, ширине око 1,5 mm и дебљине од око 55 μ m, састава $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ која је добијена ултрабрзим хлађењем растопа легуре на ротирајућем диску. Структурном анализом добијени су подаци о саставу легуре и микроструктурним трансформацијама, а магнетним мерењима анализиран је утицај промене структуре на магнетна својства трака.

- Кинетика кристализације легуре анализирана је ДТА анализом и термомагнетним мерењима. Легура је испитана ДТА анализом неизотермним загревањем брзинама: 5 K/min, 10 K/min и 20 K/min. Добијени термограми су показали термичку стабилност легуре до око 740 K, изнад које почињу структурне трансформације, које се огледају кроз два одвојена кристализациона процеса. Први процес (за $\beta = 5$ K/min) је у интервалу од 750 K до 780 K, а други, који представља рекристализацију, у интервалу 875 K до 900 K. Уочено је померање максимума пикова са повећањем брзине загревања, што је последица термичке активације легуре. Кинетичком анализом (методама Кисинцера и Озаве) добијене су линеарне зависности са високим корелационим коефицијентом. Кристализациони процеси су детектовани као један пик на термомагнетној кривој у температурном интервалу од 745 K до 875 K при $\beta = 4$ K/min, који је врло близак почетку првог и завршетку другог пика код ДТА анализе при $\beta = 5$ K/min. Термомагнетним мерењем установљено је да је Киријева температура аморфне фазе око 615 K, док код потпуно искристализоване легуре износи око 875 K.

- Анализа површине траке МОКЕ микроскопом уочена је разлика у изгледу страна трака. У контакту са диском (доња страна) трака је веће храпавости услед заробљавања мехура гаса којим се истискује растоп легуре. Горња страна је сјајнија, јер очвршћава готово без трења, а набори на траци су усмерени у смеру извлачења траке. Уочена је незнатна разлика резултата структурне анализе једне у односу на другу страну јер страна траке где је контакт са ротирајућим диском брже очвршћава у односу на горњу страну. Приликом одгревања добијених трака, дошло је до повећања храпавости узорака, што је анализирано и констатовано са микроскопом атомских сила (МАС).

- Анализа скенирајућим електронским микроскопом са EDS анализом различитих области неодгреване легуре показала је да на површини нису формиране кристалне фазе, док код узорака одгреваног на 823 K, утврђене су тамније области богате ванадијумом (V). Постојање различитих фаза је детаљније анализирано Месбауеровом спектроскопијом и XRD анализом. Даљим одгревањем, долази до увећавања кристалних зрна, тако да је код узорака одгреваних један сат на 973 K било могуће детектовати области са увећаним присуством бакра (Cu).

- XRD анализом су идентификоване две нанокристалне фазе у полазној легури: α -Fe(Si) и $Fe_{23}B_6$, од којих је друга метастабилна и одгревањем се трансформише у стабилну фазу Fe_2B . Овај процес се завршава при температури одгревања од 723 K у трајању од 1 сат. Стабилна фаза Fe_2B егзистира у легури при свим даљим термичким третманима легуре изнад те температуре. Одгревањем легуре на 973 K у трајању од 3 сата легура у потпуности кристалише, где је масени однос стабилних кристалних фаза α -Fe(Si) – 91,6 % и Fe_2B – 8,4 %. Установљено је да је у полазној легури величина кристалита α -Fe(Si) око 40 nm, која се битно не мења са температурама одгревања до 773 K. При температурама изнад 823 K уочен је тренд наглог повећања кристалита. Анализом вредности коефицијента текстуре T_x свих узорака, дошло се до закључка да нема његове значајније промене, што упућује да не постоји преферентна оријентација кристалографских равни.

- Месбауеровом спектроскопијом потврђено је да аморфна фаза егзистира у полазној легури, а на основу површине аморфног подспектра установљено је да је удео аморфне фазе око 80%, која се одгревањем смањује. Аморфна фаза је пронађена и у узорцима одгретим до 723 К. На основу Месбауерових параметара, установљено је да постоји шест магнетних компоненти (узорци одгретани до 573 К), односно седам магнетних компоненти (узорци одгретани на 723 К и више) и једна немагнетна компонента у свим испитиваним узорцима без обзира на термички третман, чиме је потврђено постојање кристалних фаза и у полазној легури. У узорцима одгретим на температурама од 773 К и више, јављају се нови подспектри услед структурних трансформација аморфне у кристалну и метастабилне у стабилну боридну фазу. С обзиром на то да је Месбауерова спектроскопија прецизнија метода од XRD анализе, претпоставља се да су овом методом регистровани параметри који одговарају новим фазама, које нису детектоване XRD анализом. Структурни фактор атома за Fe и V се мало разликује, тако да је тешко разликовати ове атоме у фази α -Fe(Si) детектованој XRD анализом. С тим у вези, претпоставља се да се детектована α -Fe(Si) фаза XRD анализом, састоји од различитих A2, B2, D0₃ и L2₁ кристалних структура, од којих само прва наведена у потпуности одговара фази α -Fe(Si). Такође, фазе Fe₂B и Fe₂₃B₆ су у табелама означене као „сличне“ управо због могућности да је неки од Si и/или атома V уграђен у тим фазама, или су се формирали одређени дефекти у околини атома Fe. Квалитативном анализом Месбауерових спектра, утврђено је да се без обзира на температуру одгревања, вредност хиперфиног магнетног поља B_{hf} код „непроменљивих“ компоненти веома мало мења. Компонента са $B_{hf} \approx 32,2 \text{ T} - 32,4 \text{ T}$, одговара атому проби Fe који је окружен са осам најближих суседа Fe, и може се идентификовати код фазе A2, која одговара α -Fe(Si) фази и у сагласности је са XRD анализом. Компонента са вредношћу $B_{hf} \approx 9,4 \text{ T} - 9,8 \text{ T}$ одговара атому Fe окруженом са два Fe најближа суседа, и сугерише на постојање кристалне фазе типа L2₁ – Fe_{2+x}V_{1-x}Si. Такође, нађене су вредности $B_{hf} \approx 13,5 \text{ T} - 14,3 \text{ T}$, што указује на постојање делова узорка који су локално уређени у структури типа D0₃/L2₁ или B2. Под претпоставком да су B и Cu углавном нерастворљиви, док су Si и V углавном растворљиви у решетки α -Fe фазе, претпостављено је да је коначни производ кристализације на 1073 К раздвојен на: Fe₇₂Cu₁V₄Si₁₅B₈ = 8 Fe₂B + Cu + Fe₅₆Si₁₅V₄, где је Fe(Si, V) – остатак састава Fe (20 at. % Si и 5 at. % V). Након прорачуна расподеле вероватноће појављивања Месбауерових компоненти које кореспондирају структурним типовима фаза: A2 – неуређени - бсс, B2, D0₃ и L2₁ које могу формирати бинарна фаза Fe(Si) и квази-бинарна фаза Fe(Si, V), закључено је да самостално ни један тип структуре у потпуности не одговара експерименталним подацима. Такође, Месбауерове компоненте са малим вредностима хиперфиног магнетног поља указују да највероватније постоје области у узорцима са садржајем (Si+V) већим од 25%. Према томе, може се закључити да удео Si и V није равномерно распоређен и њихова концентрација у легури варира од места до места.
- Магнетна мерења су показала да се променом структурних својстава постигнутих контролисаним одгревањем мењају и магнетна својства. Магнетизација засићења и МИ однос се побољшавају структурним променама одгревањем до 773 К у трајању од 1 сат у заштићеној атмосфери, за разлику од коерцитивног поља које је са порастом температуре у константном порасту. Коерцитивно поље до температуре 723 К се благо повећава (за око 12,4 %), а при вишим температурама одгревања пораст је израженији (за температуру одгревања од 773 К, износи око 52,7 %). Ова температура може се сматрати најповољнијом за добијање структуре са оптималним магнетним својствима.
- Методом SQUID испитиван је неодгретани узорак и узорци одгретани при различитим температурама. Код свих испитаних узорака траке уочена је инверзна хистерезисна крива (ИХК), тј. хистерезис са негативном реманентном магнетизацијом

(НРМ). Поред тога уочен је и ефекат помераја магнетне хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу, који је у корелацији са ИХК. Оба ефекта се сматрају неуобичајеним, а посебност је у томе што су оба уочена на собној температури, при чему узорци трака нису претходно излагани великом магнетном пољу. Уочено је да структурне промене утичу на промену ефекта помераја магнетне хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу, који се одгревањем помера у десно. При температури одгревања од 723 К ефекат је максимално позитиван, а са даљим одгревањем помера се у лево. Оба ефекта се објашњавају преко антиферомагнетне изменске интеракције између две различите магнетне компоненте. За испитивану траку, магнетно тврђа компонента се формира у површинској зони, док се магнетно мекша формира у унутрашњости, тј. у запремини узорка траке. При довољно јаком магнетном пољу, и вектори магнетизације магнетно тврђе компоненте се оријентишу у правцу поља, што доприноси да при одређеној вредности поља инверзни магнетни хистерезис пређе у нормалан облик. Ова вредност поља је најнижа код узорка одгреваног на 723 К, што се може повезати са истом последицом и на ефекат помераја магнетне хистерезисне криве у односу на $H=0$ осу, који је у том случају максимално померен у десно (максимално позитиван). Структурне промене су се одразиле и на ИХК, али само на промене вредности H_c и M_s . Наиме, трансформацијом аморфне фазе у кристалну, при чему се у знатној мери појављује заступљеност α -Fe(Si) фазе, долази до побољшања магнетно мекких својстава. Појавом боридне фазе (при чему се и она увећава са одгревањем), већ у старту се умањују доприноси α -Fe(Si) фазе на магнетна својства. Имајући у виду да је на температури 723 К дошло до трансформације аморфне у кристалну фазу и да је благ пораст кристалита индукованих фаза до температура одгревања на 773 К, магнетизација засићења је бележила раст до температуре од 773 К, а потом опадање. Насупрот томе, коерцитивно поље је деградирало у континуитету са порастом температуре, али изузетно благо код узорка одгреваних до температуре од 723 К, а интезивнији пораст забележен је код узорка одгреваних изнад те температуре, што је у сагласности са описаним структурним променама.

- Утицај температуре одгревања на магнетизацију испитиван је и методом Фарадејеве ваге у лонгитудиналном положају узорка у односу на магнетно поље. Ови резултати су у сагласности са резултатима добијеним методом SQUID. Наиме, магнетизација засићења M_s је за око 18% већа код одгреваног узорка траке на 773 К у односу на неодгревани узорак.

- Мерењем статичке магнетне хистерезисне криве, методом VSM, установљено је да магнетизација засићења при лонгитудиналној оријентацији траке вишеструко већа него при нормалној оријентацији траке у односу на правац деловања магнетног поља. Наиме, за $H=265$ Oe ($\approx 21,1$ kA/m), магнетизација износи 217 emu/g, док је при истој вредности магнетног поља за нормалну оријентацију узорка, магнетизација око 60 пута мања ($\approx 3,5$ emu/g). Даљим повећавањем магнетног поља, при лонгитудиналној оријентацији узорка магнетизација незнатно расте, док при нормалној бележи скоро линеаран пораст. При $H=10$ kOe (≈ 796 kA/m), $M_s^{\text{лонг.}}=229$ emu/g; $M_s^{\text{нор.}}=94$ emu/g ($M_s^{\text{лонг.}}/M_s^{\text{нор.}} \approx 2,4$). Дакле, потврђено је да је положај осе лаке магнетизације у равни траке (блиска лонгитудиналној оријентацији), док је оса тешке магнетизације нормална на равни траке. Уочено је и да је хистерезис инверзан у опсегу од 125 Oe до 6333 Oe при нормалном положају узорка у односу на магнетно поље. При лонгитудиналној оријентацији узорка у односу на магнетно поље хистерезис је нормалан (ПРМ) при дужини од 15 mm (мерено са VSM), а за узорак траке исте структуре при дужини од 6 mm (мерено са SQUID) хистерезис је инверзан (НРМ). Ово сугерише да је однос површине и запремине магнетне траке, односно површинске и запреминске магнетизације траке, од утицаја на изглед хистерезиса.

- Методом Фарадејеве ваге је показано да је при дужинама траке легуре до 10 mm магнетни хистерезис инверзан (са негативном реманентном магнетизацијом – НРМ), док је изнад те дужине нормалног изгледа (са позитивном реманентном магнетизацијом – ПРМ). При дужини траке од 10 mm при $H \approx 6,7 \text{ kA/m}$ долази до укрштања гране хистерезиса у паду и гране хистерезиса у порасту, чиме је потврђено да је однос површине и запремине магнетне траке од утицаја на појаву ефекта инверзне хистерезисне криве. Добијени резултати сугеришу да је код масивнијих узорака утицај магнетно тврђе компоненте који се формира у површинској зони знатно мањи.
- Испитивана трака је показала значајну осетљивост магнето-импедансе са променом магнетног поља. Највећа вредност МИ-односа добијена је одгревањем траке на 773 K и износи 204% за позитиван смер поља до $H_{\text{max}} = 21,77 \text{ kA/m}$ (при $f = 7,15 \text{ MHz}$ и $H=0$). Овај ефекат је за 51% већи у односу на неогревану траку, за мерење при пољу до $H_{\text{max}} = 21,2 \text{ kA/m}$. Такође, уочено је да МИ однос није изразито симетричан за позитиван и негативан смер магнетног поља, што је последица магнетизације материјала приликом првог циклуса мерења и утицаја реманентне магнетизације на други циклус мерења. Уочено је да је вредност импедансе при истим вредностима магнетног поља (за H_{max}) у позитивном и негативном смеру, скоро идентична. Исто је уочено за вредност импедансе при $H=0$, након магнетисања траке до H_{max} у оба смера. Експерименти су рађени на траци одгреваној на 773 K, чиме се закључило да је мерење и анализа МИ односа поновљиво, што је изузетно битно за баждарење ове траке као МИ сензора магнетног поља. Дакле, одгревањем траке на 773 K, оптимизована су магнетна својстава, а анализом линеарности МИ односа установљено да је за овај узорак опадајући МИ однос задовољавајуће линеаран при фреквенцији од 4,34 MHz и нижим вредностима магнетног поља (при $H_{\text{max}} = 2,9 \text{ kA/m}$ и $H_{\text{max}} = 5,08 \text{ kA/m}$) и са осетљивошћу од око 33%/(kA/m) при $H_{\text{max}} = 5,08 \text{ kA/m}$. Поље магнетне анизотропије (H_k) је најизраженије код неогреване легуре, за коју је анализом линеарности за $H_{\text{max}} = H_k$ установљено да је МИ однос задовољавајуће линеаран до око $2/3 H_k$. При $H_{\text{max}} = H_k = 5,19 \text{ kA/m}$, МИ однос је највећи код неогреване легуре и износи 27%, при $f = 300 \text{ MHz}$.

ЛИТЕРАТУРА:

- [1] Y. Yoshizawa and K. Yamauchi, „Magnetic properties of Fe-Cu-M-Si-B (M = Cr, V, Mo, Nb, Ta, W) alloys”, *Mat. Sci. Eng.*, vol. A 133, pp 176–179, 1991.
- [2] K.H.J. Buschow (edit.) „Handbook of magnetic materials“, vol. 10, G. Herzer (auth.) „Nanocrystalline soft magnetic alloys“, pp 415 – 462, 1997.
- [3] N. Mitrović, „Magnetoresistance of the $Fe_{72}Cu_1V_3Si_{16}B_8$ amorphous alloy annealed by direct current Joule heating“, *J. Mag. Mag. Mater.*, vol. 262, pp 302 – 307, 2003.
- [4] K. Hono, D.H. Ping, M. Ohnuma, and H. Onodera, „Cu clustering and Si partitioning in the early crystallization stage of an $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ amorphous alloy“, *Acta Mater.*, vol. 47, pp 997 – 1006, 1999.
- [5] L.V. Panina, K. Mohri, “Magneto-impedance effect in amorphous wires“, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 65, pp 1189 – 1191, 1994.
- [6] Menard D, Britel M, Ciureanu P, Yelon A. “Giant magnetoimpedance in a cylindrical magnetic conductor, *J. Appl. Phys.*, vol. 84, pp 2805 – 2814, 1998.
- [7] L. Kraus, “Theory of giant magneto-impedance in the planar conductor with uniaxial magnetic anisotropy“, *J. Mag. Mag. Mater.*, vol. 195, pp 764 – 778, 1999.
- [8] L. Kraus, Z. Frait, K.R. Pirota, H. Chiriac “Giant magnetoimpedance in glass-covered amorphous microwires“, *J. Mag. Mag. Mater.*, vol. 254 – 255, pp 399 – 403, 2003.
- [9] K.H.J. Buschow (edit.), “Handbook of magnetic materials” M. Knobel, M. Vázquez and L. Kraus (aut.) “Giant magnetoimpedance”, vol. 15, pp 497 – 563, 2003.
- [10] M.H. Phan, H-X. Peng, “Giant magnetoimpedance materials: fundamentals and applications”, *Prog. Mater. Sci.*, vol. 53, pp 323 – 420, 2008.
- [11] R. Surla, N. Mitrović, S. Đukić, V. Ibrahimović. “Amorphous $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ ribbon as magneto-impedance sensing element”, *Serb. Jour. Elec. Engin.*, vol. 13 No 3, pp 381 – 394, 2016.
- [12] Каталог произвођача „Hitachi metals“, <http://www.hitachi-metals.co.jp>
- [13] М. М. Ристић, „Принципи науке о материјалима“, Српска академија наука и уметности, књига 36, 1993.
- [14] D. Turnbull, „Under what conditions can a glass be formed?“, *Contemp. Phys.*, vol.10 No 5, pp 473 – 488, 1969.
- [15] H.Beck and H.J. Guntherodt (edit.) „Glassy metals I”, *Topics in Applied Physics*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg New York, H.Beck and H. J. Guntherodt (auth.) “1. Introduction” pp 1 – 17, 1981.
- [16] A. Zaki (edit.) „New trends in alloy development, characterization and application“, *InTech*, 2015, R. K. Roy, A. K. Panda and A. Mitra (Auth.), „Alloy development through rapid solidification for soft magnetic application“, pp. 39 – 60, 2015.
- [17] T. Goto, „Fe-B and Fe-Si-B system alloy filaments produced by glass-coated melt spinning“, *Trans. Jpn. Inst. Metvol.* vol.21, pp 219 – 25, 1980.
- [18] F.E. Luborsky, J.L. Walter, H.H. Liebermann, „Engineering magnetic properties of Fe-Ni-B amorphous alloys”, *IEEE Trans. Magn.*, vol.15, pp 909 – 11, 1979.
- [19] Lewis BG, I.W. „Prediction of glass-forming ability for metallic systems“, *J Non-Cryst. Sol.*, vol. 30, pp 77 – 85, 1978.
- [20] Н. Митровић, “Утицај структурних трансформација на својства аморфних магнетних материјала значајних за примену у електротехници“, Универзитет у Крагујевцу, Технички факултет у Чачку, докторска дисертација, 1998.
- [21] Ohnaka, I., Japan Patent No. 64, 948, 1980.
- [22] H. Chiriac and T. A. Ovari, National institute of research and development for technical physics, Romania „Amorphous glass-covered magnetic wires: preparation, properties, applications”, *Prog. Mater. Sci.*, vol. 40. pp. 333 – 407, 1996.

- [23] G. F. Taylor, „A method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses. Phys. Rev (Series I), vol. 23, pp: 655 – 660, 1924.
- [24] G. F. Taylor, „Process and apparatus for making filaments”, United States patent office, Patented No 1, 793, 529, 1931.
- [25] H. Wiesner, J. Schneider, „Magnetic properties of amorphous FeP alloys containing Ga, Ge, and As“, Phys. Stat. Soli. A, vol, 26, pp 71 – 75, 1974.
- [26] M. Sowjanya, T. Kishen K. Reddy, „Cooling wheel features and amorphous ribbon formation during planar flow melt spinning process“, J. Mater. Process. Tech., vol. 214, pp 1 – 52, 2014.
- [27] By H. Beck and H. - J.Güntherodt (edit.), “Glassy metals II, Atomic structure and dynamics, electronic structure, magnetic properties”, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg New York, Tokyo 53, H.-U. Künzi (aut.), „Mechanical properties of metallic glasses“, vol, pp 169 – 214, 1983.
- [28] D.M. Minić, M. Plazinić, J. Živanić, A. Maričić „Influence of structural transformations on electric and magnetic properties of Fe₈₁B₁₃Si₄C₂ amorphous alloy“, Sci. Sint, voj 42, pp 61–68, 2010.
- [29] S.H. Chen, „Glassy metals“, Rep. Prog. Phys, vol. 43, pp 23 – 432, 1980.
- [30] A. Hubert, and R. Schäfer, „Magnetic domains: The analysis of magnetic microstructures“, Springer-Verlag, 1998.
- [31] B. D. Cullity and C. D. Graham, „Introduction to magnetic materials“, 2nd ed. New York: Wiley–IEEE. 2008.
- [32] K. Mohri, F.R Humphrey, K. Kawashimay, K. Kimura and M. Mizutani, „Large Barkhausen and Matteucci effects in FeCoSiB, FeCrSiB, and FeNiSiB amorphous wires”, IEEE Trans. Magn., vol. 26(5), pp 1789 – 1791, 1991.
- [33] H. Q. Guo, H. Kronmüller and T. Dragon, Z. H. Cheng, B. G. Shen, „Influence of nanocrystallization on the evolution of domain patterns and the magnetoimpedance effect in amorphous Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ ribbons“, J. App. Phys., vol. 89, pp 514 – 520, 2001.
- [34] M. Tejedor, B. Hernando, M. L. Sanchez, V. M. Prida, P. Gorria „Magnetic domains and magnetoimpedance effect during the nanocrystallization of Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{16.5}B₆ ribbons“, J. Non-Cryst. Solids, vol. 287, pp 396 – 400, 2001.
- [35] O. Bottauscio, F. Fiorillo, C. Beatrice, A. Caprile, and A. Magni, „Modeling high-frequency magnetic losses in transverse anisotropy amorphous ribbons“, IEEE Tran. Mag., vol. 51, pp 2800304/1-2800304/4, 2015.
- [36] G. Herzer, „Effect of domain size on the magneto-elastic damping in amorphous ferromagnetic metals”, Z. Metallkd, vol. 93, pp. 978-982, 2002.
- [37] S. Zhang, D. Zhao (Edit.), „Advances in magnetic materials processing, properties, and performance”, S. K. Srivastava and S. Senapati, Chapter 2, “Elemental ferromagnetic nanomaterials: their preparation, properties, and applications”, Taylor & Francis group, pp 67-130, 2017.
- [38] F. R. Fickett, „Standards for measurement of the critical fields of superconductors”, J. Res. Natl. Bur. Stand, vol. 90, pp 95 – 113, 1985.
- [39] M. Tejedor, H. Rubio and A. Fernandez, “Origin of inverted-in-sense and constricted near-surface hysteresis loops of magnetic plates“, Appl. Phys. Lett, vol. 55 No 18, pp. 1920 – 1922, 1989.
- [40] S. Gu, W. He, M. Zhang, T. Zhuang, Y. Jin, H. E. Bidweihi, Y. Mao, J. H. Dickerson, M. J. Wagner, E. D. Toppe & L. H. Bennett, „Physical justification for negative remanent magnetization in homogeneous nanoparticles“, Sci. Rep.-UK, vol. 4, pp 6267/1 – 6267/1, 2014.
- [41] A. Hernando (eds.), „Nanomagnetism”, NATO ASI Series, Kluwer Academic Publishers, A. S. Arrott (auth.), „Origins of hysteresis in ultra thin films“, vol. 247, pp 73 – 85, 1993.

- [42] E.E. Shalyguina, I. Škorvánek, P. Švec, V.A. Mel'nikov, N.M. Abrosimova, „Inverted near-surface hysteresis loops in heterogeneous (nanocrystalline/amorphous) $Fe_{81}Nb_7B_{12}$ Alloys“, *J. Exp. Theor. Phys.*, vol. 99, No. 3, pp. 544 – 551, 2004.
- [43] J.Y. Yang, J.H. Kim, J.S. Lee, S.J. Woo, J.S. Kwak, J.P. Hong, „Inverted hysteresis loops observed in a randomly distributed cobalt nanoparticle system“, *Phys. Rev. B*, vol. 78, pp 094415/1 – 094415/5, 2008.
- [44] N. D. Ha, T. S. Yoon, E. Gan'shina, M. H. Phan, C. G. Kim, and C. O. Kim, „Observation of reversed hysteresis loops and negative coercivity in CoFeAlO magnetic thin films“, *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 295, pp 126 – 131, 2005.
- [45] J. Ye, R. P. del Real, G. Infante, and M. Vazquez, „Local magnetization profile and geometry magnetization effects in microwires as determined by magneto-optical Kerr effect“, *J. Appl. Phys.*, vol. 113, pp 043904/1-043904/6, 2013.
- [46] B. S. Chun, S. D. Kim, Y. S. Kim, J.Y. Hwang, S. S. Kim, J. R. Rhee, T. W. Kim, J. P. Hong, M. H. Jung, Y. K. Kim, „Effects of Co addition on microstructure and magnetic properties of ferromagnetic CoFeSiB alloy films“, *Acta Mater.*, vol. 58, pp. 2836 – 2842, 2010.
- [47] S. M. Valvidares, J. I. Martin, L. M. Alvarez-Prado, D. Pain, O. Acher, G. Suran, J. M. Alameda, „Inverted hysteresis loops in annealed Co-Nb-Zr and Co-Fe-Mo-Si-B amorphous thin films“, *J. Magn. Magn. Mater.*, vol.169, pp 242 – 245, 2002.
- [48] S. M. Valvidares, L. M. Alvarez-Prado, J. I. Martin, and J. M. Alameda, „Inverted hysteresis loops in magnetically coupled bilayers with uniaxial competing anisotropies: Theory and experiments“, *Phys. Rev. B*, vol. 64, pp 134423/1 – 134423/12, 2001.
- [49] S. Esho, „Anomalous magneto-optical hysteresis loops of sputtered Gd-Co films“, *Jpn. J. Appl. Phys.*, pp 93 – 98, vol. 15, 1976.
- [50] M. J. O'Shea and A. L. Al-Sharif, „Inverted hysteresis in magnetic systems with interface exchange“, *J. Appl. Phys.*, vol. 75, pp 6673 – 6675, 1994.
- [51] A. Aharoni, „Exchange anisotropy in films, and the problem of inverted hysteresis loops“, *J. Appl. Phys.*, vol. 76, pp 6977 – 6979, 1994.
- [52] C. Song, B. Cui, H. Y. Yu, and F. Pan, „Completely inverted hysteresis loops: Inhomogeneity effects or experimental artifacts“, *J. Appl. Phys.*, 2013, vol.114, pp 183906/1 – 183906/5.
- [53] S. Demirtas, M. R. Hossu, M. Arıkan, A. R. Koymen, and M. B. Salamon, „Tunable negative and positive coercivity for SmCo(Co/Gd) exchange springs investigated with SQUID magnetometry“, *Phys. Rev. B*, vol. 76, pp 214430/1 – 214430/7, 2007.
- [54] M. Ziese, I. Vrejoiu, and D. Hesse, „Inverted hysteresis and giant exchange bias in $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3/SrRuO_3$ superlattices“, *Appl. Phys. Lett.*, vol 97, pp 052504/1 – 052504/1, 2010.
- [55] D. Y. Kim, C. G. Kim, C-O. Kim, S. S. Yoon, M. Naka, M. Tsunoda, and M. Takahashi, „Negative coercivity characteristics in antiferromagnetic coupled hard/soft multilayers“ *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 304, pp e356 – e358, 2006.
- [56] S. Ohkoshi, T. Hozumi, and K. Hashimoto, „Design and preparation of a bulk magnet exhibiting an inverted hysteresis loop“, *Phys. Rev. B*, vol. 64, pp 132404/1 – 132404/4, 2001.
- [57] K. Takanashi, H. Kurokawa, and H. Fujimori, „A novel hysteresis loop and indirect exchange coupling in Co/Pt/Gd/Pt multilayer films“, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 63, pp 1585 – 1587.
- [58] Y. Z. Wu, G. S. Dong, and X. F. Jin, „Negative magnetic remanence in Co/Mn/Co grown on GaAs(001)“, *Phys. Rev. B*, vol. 64, pp 214406/1 – 214406/5, 2001.

- [59] K. G. West, D. N. H. Nam, J. W. Lu, N. D. Bassim, Y. N. Picard, R. M. Stroud, and S. A. Wolf, „Exchange bias in a single phase ferrimagnet”, *J. Appl. Phys*, vol. 107, pp 113915/1 – 113915/5, 2010.
- [60] X. Yan and Y. Xu, „Negative remanence in magnetic nanostructures”, *J. Appl. Phys*, vol. 79, pp 6013 - 6015, 1996.
- [61] R. K. Zheng, H. Liu, Y. Wang, and X. X. Zhang, „Inverted hysteresis in exchange biased Cr₂O₃ coated CrO₂ particles”, *J. Appl. Phys*, vol. 96, pp 5370 – 5372, 2004.
- [62] L. V. Tho, C. G. Kim, C. Oh Kim, “Investigation of negative coercivity in one layer formation of soft and hard magnetic materials”, *J. Appl. Phys*, vol. 103, pp 07b906/1 – 07b906/3, 2008.
- [63] A. S. Arrott, T. L. Templeton and Y. Yoshida, „Model for nonuniform magnetization processes in particles with enhanced surface anisotropy”, *IEEE Tran. Mag*, vol. 29, pp 2622 – 2624, 1993.
- [64] E. C. Stoner and E. P. Wohlfarth, „A Mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys”, *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, vol. 240, pp 599 – 642, 1948.
- [65] R. Surla, N. Mitrović, M. Vasić, D. Minić, „The inverted hysteresis loops and exchange bias effects in amorphous/nanocrystalline Fe₇₂Cu₁V₄Si₁₅B₈ ribbons at room temperature”, *Sci. Sint.*, vol.52(3) pp. 283-298, 2020.
- [66] W. H. Meiklejohn and C. P. Bean, “New magnetic anisotropy”, *Phys. Rev*, vol. 102, pp. 1413 – 1414, 1956.
- [67] W. H. Meiklejohn, “Exchange anisotropy-a review”, *J. Appl. Phys.*, vol. 33, pp 1328 – 1335, 1962.
- [68] J. Nogues, D. Lederman, T. J. Moran, and Ivan K. Schuller, „Positive exchange bias in FeF₂-Fe bilayers”, *Phys. Rev. Lett.*, vol. 76, pp 4624 – 4627, 1996.
- [69] H. Singh, R. Gupta, T. Chakraborty, A. Gupta, and C. Mitra, „Study of exchange bias in all ferromagnetic Fe/Co soft/hard bilayer”, *IEEE Tran. Mag.*, vol. 50, pp 4800204/1 – 4800204/4, 2014.
- [70] J. Nogues and I. K. Schuller, “Exchange bias”, *J. Magn. Magn. Mater*, vol. 192, pp 203 – 232, 1999.
- [71] M. Kiwi, “Exchange bias theory”, *J. Magn. Magn. Mater*, vol. 234, pp 584 – 595, 2001.
- [72] A. E. Berkowitz and K. Takano, “Exchange anisotropy – a review”, *J. Magn. Magn. Mater*, vol. 200, pp 552 – 570, 1999.
- [73] R. L. Stamps, “Mechanisms for exchange bias”, *J. Phys. D: Appl. Phys*, vol. 33, pp R247 – R268, 2000.
- [74] H. Zabel and S. D. Bader, (edit.) “Magnetic heterostructures, advances and perspectives in spinstructures and spintransport”, *Springer Tracts in Modern Physics*, F. Radu and H. Zabel, (auth.), “Exchange Bias Effect of Ferro/Antiferromagnetic Heterostructures”, vol. 227, pp 97 – 184, 2008.
- [75] L. A. Tuan, N. T. Huy and P. T. Huy, „Giant magnetoimpedance in layered composite micro-wires for high-sensitivity magnetic sensor applications”, *Jour. Phys*. vol. 187, pp 1-5, 2009.
- [76] P. Ripka, „Magnetic sensors and magnetometers”, *Artech House Publishers*, 2001.
- [77] N. S. Mitrović, S. N. Kane, P. V. Tyagi, S. Roth, „Effect of dc-Joule-heating thermal processing on magnetoimpedance of Fe₇₂Al₅Ga₂P₁₁C₆B₄ amorphous alloy”, *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 320, pp e792 – e796, 2008.
- [78] L. Kraus, „GMI modeling and material optimization”, *Sens. Acta. A*, vol. 106, pp 187 – 194, 2003.
- [79] M. Vazquez, M. Knobel, M. L. Sanchez, R. Valenzuela, A. P. Zhukov, „Giant magnetoimpedance effect in soft magnetic wires for sensor applications”, *Sensor. Actuat. A-Phys.*, vol. 59, pp 20 – 29, 1997.

- [80] A. Chaturvedi, T.P. Dhakal, S. Witanachchi, A.T. Le, M.H. Phan, H. Srikanth, „Critical length and giant magnetoimpedance in $Co_{69}Fe_{4.5}Ni_{1.5}Si_{10}B_{15}$ amorphous ribbons“, *Mater. Sci. Eng. B-Adv*, vol. 172, pp 146 – 150, 2010.
- [81] H. Qin, X.Yu, B. Li, Y. Hao, S. Huang, J. Hu, and M. Jiang, „Sample length dependence of giant magnetoimpedance in Fe–Zr–Nb–Cu–B nanocrystalline ribbons“, *Mater. Trans.*, vol. 46(6), pp 1261 – 1263, 2005.
- [82] Y. H. Ding, K. Xue, W. Y. Wang, X. Ma, „Influence of aspect ratio on giant magnetoimpedance effect for $Fe_{67}Co_{18}Si_{11}B_4$ amorphous ribbons“, *Acta Metall. Sin.*, 2017.
- [83] E. V. Dirote (Edit.), “New developments in nanotechnology research”, J. A Garcia, A. Saad, L. Elbaile, G. V. Kurylanskaya (Auth.), „Surface magnetic properties and magnetoimpedance in metallic glasses“, Nova Science Publishers, Inc. + New York, pp 1 – 42, 2007.
- [84] A-T. Le, C-O Kim, N. Chau, N. D. Cuong, N. D. Tho, N.Q. Hoa, L. Heebok, „Soft magnetic properties and giant magneto-impedance effect of $Fe_{73.5-x}Cr_xSi_{13.5}B_9Nb_3Au_1$ ($x = 1-5$) alloys“, *J. Magn. Magn. Mater*, vol. 307, pp178 – 185, 2006.
- [85] K. R. Pirota, L. Kraus, M. Knobel, P. G. Pagliuso, C. Rettori, „Angular dependence of giant magnetoimpedance in an amorphous Co-Fe-Si-B ribbon” *Phys. Rev. B*, vol. 60, pp 6685 – 6691, 1999.
- [86] G. V. Kurylanskaya, J. M. Barandianran, M. Vazquez, D. Garcia, N. V. Dmitrieva, “Influence of geometrical parameters on the giant magnetoimpedance response in amorphous ribbons” *J. Magn. Magn. Mater*, vol. 215 – 216, pp 740 – 742, 2000.
- [87] R. L. Sommer and C. L. Chien, „Role of magnetic anisotropy in the magnetoimpedance effect in amorphous alloys“, *Appl. Phys. Lett*, vol. 67, pp 857 – 859, 1995.
- [88] R. L. Sommer and C. L. Chien, „Longitudinal, transverse, and perpendicular magnetoimpedance in nearly zero magnetostrictive amorphous alloys“, *Phys. Rev. B*, vol. 53, pp R5982 – R5985, 1996.
- [89] Q. Xiao, Y. H. Liu, L. Zhang, C. Chen, J. X. Lou, S. X. Zhou, and G. D. Liu, „Magnetic properties and giant magneto-impedance in amorphous FeNiCrSiB films“, *J. Phys.: Condens. Matter*, vol. 10, pp 3651 – 3658, 1998.
- [90] K. C. Mendes, F. L. A. Machado, L. G. Pereira, S. M. Rezende, F. C. Montenegro, M. V. P. Altoe, and F. P. Missel, „Giant transversal magnetoimpedance and Hall-effect measurements in $Co_{70.4}Fe_{4.6}Si_{15}B_{10}$ “, *J. Appl. Phys*, vol.79, 6555 – 6557, 1996.
- [91] L. G. C. Melo and A. D. Santos, „Domain wall oscillations in GMI configuration“, *Mater. Sci. Forum*, vol. 302 – 303, pp 219 – 223, 1999.
- [92] M.H. Phan, H.X. Peng, M.R. Wisnom, S.C. Yu, N. Chau, „Effect of annealing on the microstructure and magnetic properties of Fe-based nanocomposite materials“, *Composites: Part A*, vol. 37, pp 191 – 196, 2006.
- [93] C. Chen, K. Z. Luan, Y. H. Liu, L. M. Mei, H. Q. Guo, B. G. Shen, and J. G. Zhao, „Giant magnetoimpedance effects in the soft ferromagnet $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ “, *Phys. Rev. B*, vol. 54, pp 6092 – 6094, 1996.
- [94] M. Knobel, H. Chiriac, J.P. Sinecker, S. Marinescu, T.A. Ovari, A. Inoue, „Comparative study of the giant magneto-impedance effect in Fe-based nanocrystalline ribbons”, *Sens. Acta. A*, vol.59, pp 256 – 260, 1997.
- [95] H. B. Lee, Y. K. Kim, T. K. Kim, Y. H. Song, S. C. Yu, „Magnetoimpedance effect in nanocrystalline $Fe_{90-x}B_xZr_7Cu_1Al_2$ ($x = 2,4,6,8$) alloys“, *J. Appl. Phys*, vol. 85, pp 5429 – 5431, 1999.
- [96] H. B. Lee, K. J. Lee, Y. K. Kim, T. K. Kim, C. O. Kim, S. C. Yu, „Magnetoimpedance effect in the nanocrystalline Fe-Zr-Cu-B-Al alloy system”. *J. Appl. Phys.*, vol. 87, pp 5269 – 5271, 2000.

- [97] J. He, H. Q. Guo, B. G. Shen, K. Y. He, H. W. Zhang, „Influence of annealing on the magnetic properties and magneto-impedance response in $\text{Fe}_{84}\text{Zr}_7\text{B}_8\text{Cu}_1$ ribbons“, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. A304 – 306, pp 988 – 991, 2001.
- [98] H. B. Lee, K. J. Kim, Y. K. Kim, K. S. Kim, S. C. Yu, U „Ultra-soft magnetic properties in nanocrystalline $\text{Fe}_{81}\text{B}_{11}\text{Nb}_7\text{Cu}_1$ alloy“, *J. Alloys Compds*, vol. 326, pp 313 – 316, 2001.
- [99] G. V. Kurlyandskaya, M. Vazquez, J. L. Munoz, D. Garcia, J. McCord, „Effect of induced magnetic anisotropy and domain structure features on magneto-impedance in stress annealed Co-rich amorphous ribbons“, *J. Magn. Magn. Mater*, vol. 196 –197, pp 259 – 261, 1999.
- [100] M. H. Phan, H. X. Peng, M. R. Wisnom, S. C. Yu, N. Chau, „Enhanced GMI effect in a $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ ribbon due to Cu and Nb substitution for B“, *Phys. Stat. Sol. A*, vol. 201, pp 1558 – 1562, 2004.
- [101] M. H. Phan, Y. S. Kim, N. X. Chien, S. C. Yu, H.B. Lee, N. Chau, „Giant magnetoimpedance effect in amorphous $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ and $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{Nb}_{2.2}\text{Cu}_{0.8}\text{B}_7$ ribbons“, *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 42, pp 5571 – 5574, 2003.
- [102] R. L. Sommer, C. L. Chien, „Role of magnetic anisotropy in the magnetoimpedance effect in amorphous alloys“, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 67, pp 857 – 859, 1995.
- [103] K.V. Rao, F.B. Humphrey, J. L. Costa-Kramer, „Very large magnetoimpedance in amorphous soft ferromagnetic wires (invited), *J. Appl. Phys.*, vol. 76, pp 6204 – 6208, 1994.
- [104] F. L. A. Machado, B. L. da Silva, S.M. Rezende, C. S. Martins, „Giant ac magnetoresistance in the soft ferromagnet $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ “, *J. Appl. Phys.*, vol. 75, pp 6563 – 6565, 1994.
- [105] W. Ku, F. Ge, J. Zhu, „Effect of magnetic field annealing on the giant magnetoimpedance in FeCuMoSiB ribbons“, *J. Appl. Phys.*, vol. 82, pp 5050 – 5053, 1997.
- [106] K. R. Pirota, L. Kraus, H. Chiriac, M. Knobel, „Magnetic properties and giant magnetoimpedance in a CoFeSiB glass-covered microwire“, *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 221, L243 – L247, 2000.
- [107] V. Raposo, D. Garcia, M. Zazo, A. G. Flores, J. I. Iniguez, „Frequency dependence of the giant magnetoimpedance in current annealed amorphous wires“, *J. Magn. Magn. Mater*, vol. 272 – 276, pp 1463 – 1465, 2004.
- [108] L. Kraus, M. Knobel, S. N. Kane, H. Chiriac, „Influence of Joule heating on magnetostriction and giant magnetoimpedance effect in a glass covered CoFeSiB microwire“, *J. Appl. Phys.*, vol. 85, pp 5435 – 5437, 1999.
- [109] L. Kraus, H. Chiriac, T. A. Ovari, „Magnetic properties of stress-Joule-heated amorphous FeCrBSi microwire“, *J. Magn. Magn. Mater*, vol. 215 – 216, pp 343 – 345, 2000.
- [110] K. R. Pirota, L. Kraus, H. Chiriac, M. Knobel, „Magnetostriction and GMI in Joule-heated CoFeSiB glasscovered microwires“, *J. Magn. Magn. Mater*, vol. 226 – 230, pp 730 – 732, 2001.
- [111] X. P. Li, Z. J. Zhao, C. Chua, H. L. Seet, L. Lu, „Enhancement of giant magnetoimpedance effect of electroplated NiFe/Cu composite wires by dc Joule annealing“, *J. Appl. Phys.*, vol. 94, pp 7626 – 7630, 2003.
- [112] L. Brunetti, P. Tiberto, F. Vinai, H. Chiriac, „High-frequency giant magnetoimpedance in Joule-heated Co based amorphous ribbons and wires“, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 304 – 306, pp 961– 964, 2001.
- [113] D. R. Li, Z. C. Lu, S. X. Zhou, „Magnetic anisotropy and stress-impedance effect in Joule heated $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ ribbons“, *J. Appl. Phys*, vol. 95, 204 – 207, 2004.
- [114] H. B. Lee, Y. K. Kim, K. J. Kim, T. K. Kim, „A novel annealing technique for the magneto-impedance effect in amorphous $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Ni}_1\text{B}_{14}\text{Si}_{15}$ alloy“, *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 215 – 216, pp 310 – 312, 2000.

- [115] B. Hernando, M. L. Sanchez, V. M. Prida, M. Tejedor, M. Vazquez, „Magnetoimpedance effect in amorphous and nanocrystalline ribbons”, J. Appl. Phys, vol. 90, pp 4783 – 4790, 2001.
- [116] M. Tejedor, B. Hernando, M. L. Sanchez, V. M. Prida, M. Vazquez, „Stress and magnetic field dependence of magneto-impedance in amorphous $Co_{66.3}Fe_{3.7}Si_{12}B_{18}$ ribbons”, J. Magn. Magn. Mater, vol. 196 – 197, pp 330 – 332, 1999.
- [117] Z. C. Wang, F. F. Gong, X. L. Yang, L. Zeng, G. Chen, J. X. Yang, S. M. Qian, and D. P. Yang, „Longitudinally driven giant magnetoimpedance effect in stress-annealed Fe-based nanocrystalline ribbons”, J. Appl. Phys, vol. 87, pp 4819 – 4821, 2000.
- [118] Y. F. Li, M. Vazquez, D. X. Chen, „Giant magnetoimpedance effect and magnetoelastic properties in stress-annealed FeCuNbSiB nanocrystalline wire”, IEEE Trans. Magn, vol. 38, pp 3096 – 3098, 2002.
- [119] K. Mandal, S. P. Mandal, M. Vazquez, S. Puerta, A. Hernando, „Giant magnetoimpedance effect in a positive-magnetostrictive glass-coated amorphous microwire”, Phys. Rev. B, vol. 65, 064402/1 – 064402/6, 2002.
- [120] J. M. Blanco, A. Zhukov, J. Gonzalez, „Asymmetric torsion stress giant magnetoimpedance in nearly zero magnetostrictive amorphous wires”, J. Appl. Phys, vol. 87, pp 4813 – 4815, 2000.
- [121] J. Gonzalez, A. P. Chen, J. M. Blanco, A. Zhukov, „Effect of applied mechanical stresses on the impedance response in amorphous microwires with vanishing magnetostriction”, „Phys. Stat. Sol. A”, vol. 189, pp 599 – 608, 2002.
- [122] L. Kraus, M. Malatek, K. Postava, D. Janickovic, „Asymmetric giant magnetoimpedance in stress-field annealed CoFeBSi amorphous ribbons”, J. Magn. Magn. Mater, vol. 290 – 291, pp 1131 – 1133, 2005.
- [123] S. J. Ahn, C. G. Kim, C. G. Park, S. C. Yu, „Laser annealing effect of giant magnetoimpedance in amorphous $Co_{66}Fe_4Ni_{14}Si_{15}$ ribbon”, Mater. Sci. Eng. A, vol. 304 – 306, pp 1026 – 1029, 2001.
- [124] S. J. Ahn, B. S. Lee, C. G. Kim, Y. W. Rheem, S. S. Yoon, C. O Kim, „Giant magnetoimpedance in Co-based microwire annealed by pulsed Nd:YAG laser”, Sens. Acta. Avol. 106, pp 221 – 224, 2003.
- [125] S. E. Roozmeh, M. M. Tehranchi, M. Ghanatshoar, S. M. Mohseni, M. Parhizkari, H. Ghomi, H. Latifi, „Magnetoimpedance effect in laser annealed $Co_{68.25}Fe_{4.5}Si_{12.25}B_{15}$ amorphous ribbons”, J. Magn. Magn. Mater., vol.304, pp e633 – e635, 2006.
- [126] J. B. Сурутка, „Електромагнетика”, осмо издање, Академска мисао, поглавље 9.6.5. „Поље у оси соленоида”, 2006.
- [127] В. Петровић, Д. Тошић, А. Ђорђевић, „Микроталасна пасивна кола”, Универзитет у Београду, Електротехнички факултет, 2010.
- [128] A. Zukov (edit.) „High performance soft magnetic materials”, vol. 252, Chapter 2, L. González - Legarreta, V. M. Prida, A. Talaat, M. Ipatov, V. Zhukova, A. Zhukov, L. I. Escoda, J. J. Suñol, J. González, and B. Hernando (auth.), „Tailoring of soft magnetic properties and high frequency giant magnetoimpedance in amorphous ribbons”, pp 2196 – 2812, 2017.
- [129] Agilent technologies, inc., printed in USA, february 3, 5989 – 9887EN, 2009.
- [130] J. M. Silveyra, M. Coisson, F. Celegato, P. Tiberto, F. Vinai, J. A. Moya, V. J. Cremaschi, „High-frequency magnetoimpedance properties in Finemet-type ribbons with a Cu-Co electrodeposited layer”, J. Alloy. Compd., vol. 495, pp 412 – 416, 2010.
- [131] M. Ipatov, V. Zhukova, A. Zhukov, and J. Gonzalez „Expanding the longitudinal magnetoimpedance sensor range by direct bias current”, J. Appl. Phys., vol. 113, 203902/1 – 203902/6, 2013.

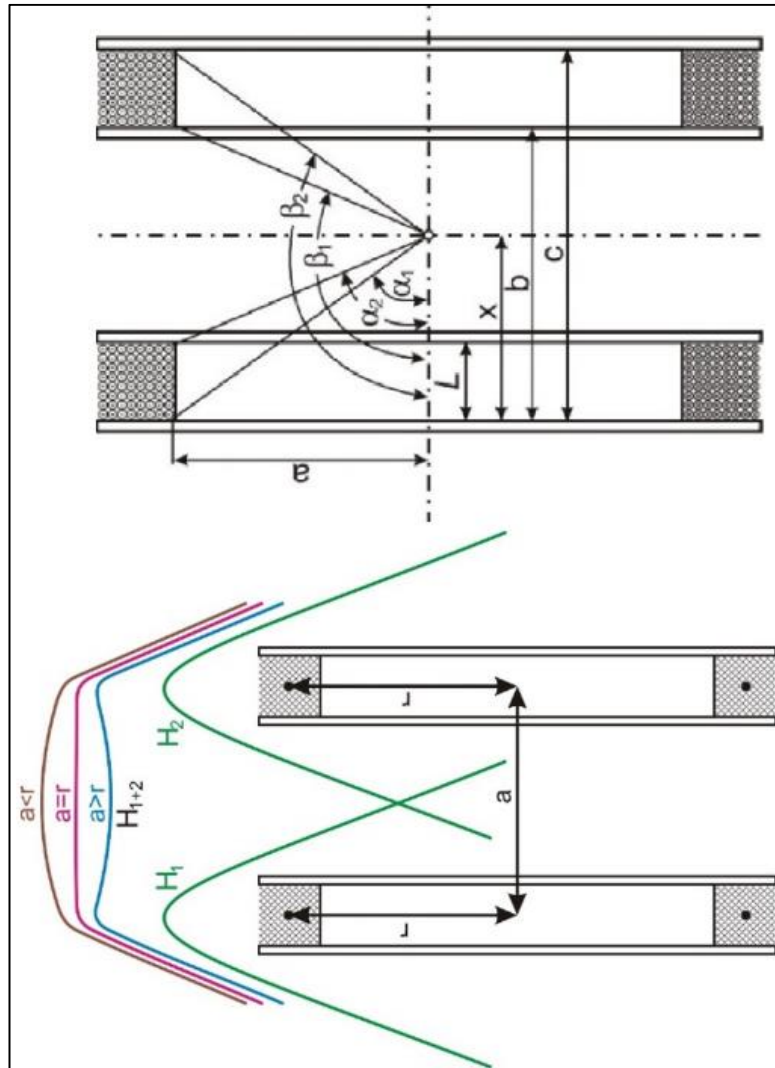
- [132] H. Ibach and H. Lüth (edit.), „Solid-State Physics: An introduction to principles of materials science“, fourth edition, Springer - Verlag Berlin Heidelberg, vol. 46(2), Panel X „Cooper-pair tunneling - the Josephson effect“, pp 362 – 369, 2009.
- [133] S. Reutzel and D. M. Herlach, „Measuring magnetic susceptibility of undercooled Co-based alloys with a Faraday balance“, *Adv. Eng. Mater.*, vol. 3(1–2), pp 65-67, 2001.
- [134] G.K Williamson; W.H Hall, „X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram“, *Acta Metallurgica*, vol. 1(1), pp 22-31, 1953.
- [135] G.B. Harris, “X. Quantitative measurement of preferred orientation in rolled uranium bars” *Philos. Mag*, vol. 43, pp 113 – 123, 1952.
- [136] F. Bloch, W. W. Hansen, and M. Packard, „The nuclear induction experiment”, *Phys. Rev.*, vol. 70, pp. 474 – 485, 1946.
- [137] E. M. Purcell, H. C. Torrey, and R. V. Pound, „Resonance absorption by nuclear magnetic moments in a solid“, *Phys. Rev.*, vol. 69, pp. 37 – 38, 1946.
- [138] Y. L. Chen, and D. P. Yang, „Mössbauer Effect in Lattice Dynamics, Experimental techniques and applications”, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2007.
- [139] E. F. Kaufmann (Edit.) „Characterization of materials“, John Wiley, New York, B. Fultz, „Mössbauer spectrometry”, pp 1 – 21, 2012.
- [140] В. Ивановски, „Истраживање структуре и хиперфиних интеракција у интерметалној γ' -Ni₃Al фази са примесама хфнијума и гвожђа“, Универзитет у Београду, Физички факултет, стр. 55, 82, докторска дисертација, 2015.
- [141] P. Gütllich, G. Bill, and A. X. Trantwein, „Mössbauer spectroscopy and transition metal chemistry”, Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2011.
- [142] A. G. Maddock, „Mössbauer spectroscopy - principles and applications“, Chichester, West Sussex, England: Horwood publishing limited. p.20. 1997.
- [143] Q. Zhang, Z. Jiangb and B. Yan, „Ultrasmall and monodisperse colloidal amorphous Nd-Fe-B-Na magnetic nanoparticles with high TC“, *Inorg. Chem. Front*, vol. 1, pp 384 – 388, 2014.
- [144] С. Ментус, У. Миоч, „Одабране методе физичкохемијске анализе“, Факултет за физичку хемију, Београд, 1992.
- [145] M. Vasić, R. Surla, D. Minić, Lj. Radović, N. Mitrović, A. Maričić, and D. Minić, “Thermally Induced Microstructural Transformations of Fe₇₂Si₁₅B₈V₄Cu₁ Alloy“, *Metal. Mater. Tran. A*, vol. 48a, pp. 4393–4402, 2017.
- [146] K. Hono, D.H. Ping, M. Ohnuma, and H. Onodera, „Cu clustering and Si partitioning in the early crystallization stage of an Fe_{73.5}Si_{13.5}B₉Nb₃Cu₁ amorphous alloy”, *Acta. Mater.*, vol. 47, pp 997 – 1006, 1999.
- [147] J. M. Borrego, A. Conde, V.A. Peña-Rodríguez, and J. M. Grenèche „A fitting procedure to describe Mössbauer spectra of FINEMET-type anocrystalline alloys”, vol.131, pp 67 – 82, 2000.
- [148] T. Szumiata, K. Brzózka, M. Gawroński, B. Górka, K. Jezuita, J.S. Blázquez-Gámez; T. Kulik, R. Żuberek, A. Ślawska-Waniewska, J. M. Grenèche, „Evolution of the hyperfine and magnetoelastic parameters in the course of crystallization process in niobium-free FINEMET-type alloy“, *J. Mag. Magn. Mat.*, vol. 250, pp 83 – 91, 2002.
- [149] G. Rixecker, P. Schaaf and U. Gonsert, „Crystallization behaviour of amorphous Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉“, *J. Phys.-Condens. Mat.*, vol. 4, pp. 10295 – 10310, 1992.
- [150] J. M. Greneche, „Nanocrystalline iron-based alloys investigated by Mössbauer spectrometry”, *Hyperfine Interact.*, vol. 110, pp. 81 – 91, 1997.
- [151] A. Pundt, and G. Hampel and J. Hesse, „Mossbauer effect studies on amorphous and nanocrystalline Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉, *Z. Phys. B – Condens. Matter*, vol. 87, pp. 65 – 72, 1992.

- [152] J. Swierczek, J. Zbroszczyk, W. Ciurzynska, S. Szymura, B. Wyslocki, „Structural and magnetic properties in $Fe_{70}Cr_{15}B_{15}$ amorphous alloy”, *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 140 – 144, pp. 319 – 320, 1995.
- [153] H. Qin, J. Hu, B. Li, M. Zhao, X. Liu and J. Chen, „ $Fe_{74.5-x}Cu_xV_3Si_{13.5}B_9$ As-spun ribbons prepared by melt-spinning technique”, *Mater. Trans.*, vol. 49, No 12, pp. 2761 – 2764, 2008.
- [154] K. Endo, M. Tokiyama, H. Matsuda, K. Ooiwa, T. Goto and J. Arai, „Anomalous transport and magnetic properties in $Fe_{2+x}V_{1-x}Si$ in relation to the origin of GMR”, *J. Phys. Soc. Jpn.*, vol. 73, No 7, pp. 1944 – 1952, 2004.
- [155] R. S. Preston, D. J. Lam, M. V. Nevitt, D. O. Van Ostenburg, C. W. Kimball, „Crystal structures of V-Fe alloys as determined by the Mössbauer effect in ^{57}Fe ”, *Phys. Rev.*, vol. 149, No. 2, pp. 440 – 449, 1966.
- [156] M. B. Stearns, „Internal magnetic fields, isomer shifts, and relative abundances of the various Fe sites in FeSi alloys”, *Phys. Rev.*, vol. 129, No 3, pp 1136 – 1144, 1963.
- [157] L. Haggstrom, L. Grinasi, R. Wappling and S. Devanarayanan, „Mossbauer study of ordering in FeSi alloys”, *Phys. Scripta*, vol. 7, pp. 125 – 131, 1973.
- [158] G. Rixecker, P. Schaaf, and U. Gonser, „On the interpretation of the Mossbauer spectra of ordered Fe-Si alloys”, *Phys. Stat. Sol. (A)*, vol. 139, pp 309 – 320, 1993.
- [159] G. Rixecker, P. Schaaf and U. Gonser, „Ordered iron-silicon alloys: antiphase boundaries seen by Mossbauer spectroscopy”, *Phys. Stat. Sol. (A)*, vol. 151, pp. 291 – 298, 1995.
- [160] G. Rixecker, „Mössbauer spectroscopic studies of defect structure and alloying effects in nanostructured materials”, *Hyperfine Interac.*, vol. 130, pp 127 – 150, 2000.
- [161] J. M. Borrego, V. A. Pena Rodriguez and A. Conde, „Mössbauer study of the nanocrystallization of the amorphous system $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Cu_1Nb_1X_2$ with $X = Nb, Mo, V$ and Zr ”, *Hyperfine Interact.*, vol. 110, pp 1–6, 1997.
- [162] X. D. Liu, J. T. Wang, K. Lu, J. Zhu, and J. Jiang, „Distribution of metalloid atoms in nanocrystalline Fe-Cu-Si-B alloys”, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 27, pp 165-168, 1994.
- [163] G. Hampel, A. Pundt, and J. Hesse „Crystallization of $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ structure and kinetics examined by x-ray diffraction and Mössbauer effect spectroscopy”, *J. Phys.-Condens. Mat.*, vol. 4, pp 3195 – 3214, 1992.
- [164] A. K. Murphy, and N. Hershkowitz, “Temperature-dependent hyperfine interactions in Fe_2B ”, *Phys. Rev. B*, vol. 7, No 1 pp 23 – 31, 1973.
- [165] E. C. Passamani, and J. R. B. Tagarro, C. Larica and A. A. R. Fernandes. „Thermal studies and magnetic properties of mechanical alloyed Fe_2B ”, *J. Phys.-Condens. Mat.*, vol. 14, pp 1975 – 1983, 2002.
- [166] V. A. Barinov, V. A. Tsurin, V. I. Voronin, S. I. Novikov, and V. T. Surikov „Mössbauer investigations of the metastable $Fe_{23}B_6$ phase”, *The Physics of Metals and Metallography (Fizika metallov i metalovedenie)*, vol. 101, No 5, pp 456 – 466, 2006.
- [167] B. M. Arita, S. Nasu and F. E. Fujita, „Determination of long-range-order parameter of Fe_3Si Alloy by means of ^{57}Fe Mössbauer effect”, *Trans. Jap. Inst. Met.*, vol. 26, No10, pp 710 – 720, 1985.
- [168] V. A. P. Rodriguez, J. F. Regalado, E. Baggio-Saitovitch, E. C. Passamani „Nanocrystallization process in Finemet-type alloys followed by in situ ^{57}Fe Mössbauer spectroscopy”, *J. Alloy. Compd.*, vol. 379, pp. 23 – 27, 2004.
- [169] T. Szumiata, M. Gawroński, K. Brzózka, B. Górką, P. Sovák, G. Pavlík, „The influence of Co and V substitution on structural properties of FINEMET-type alloys”, *Nukleonika*, vol. 52 (Supplement 1), pp. S21-S28, 2007.
- [170] K. Brzózka, T. Szumiata, M. Gawronski, B. Gorka, „Local structure and magnetic characteristics of FINEMET alloys substituted by vanadium”, *Acta. Phys. Pol. Avol.* 113, No 1, pp 51 – 54, 2008.

- [171] K. Brzozka, P. Sovak, T. Szumiata, M. Gawronski, B. Gorka, „Hyperfine magnetic fields in substituted Finemet alloys”, *Hyperfine Interact.*, vol. 237, pp. 83/1 – 83/10, 2016.
- [172] M. B. Stearns, „Spin-density oscillations in ferromagnetic alloys. I. "Localized" Solute Atoms: Al, Si, Mn, V, and Cr in Fe“, *Phys. Rev.*, vol. 147, No 2, pp. 439 – 453, 1966.
- [173] I. Vincze, and I.A Campbell, „Mossbauer measurements in iron based alloys with transition metals“, *J. Phys. F: Metal Phys.*, vol. 3, pp. 647 – 663, 1973.
- [174][Science International Team. [ed.] Effenberg G. and S. Ilyenko. Ternary alloy systems [electronic resource]: phase diagrams, crystallographic and thermodynamic data, Landolt-Börnstein. Group IV, Physical chemistry (Online). s.l.: Springer, Berlin, vol. 11.D.5, pp 428 – 446, 2006.
- [175] S. Vyazovkin , A. K. Burnham, J. M. Criado c, L. A. Pérez-Maqueda, C. Popescu, N. Sbirrazzuoli, „ICTAC Kinetics committee recommendations for performing kinetic computations on thermal analysis data”, *Thermochimica Acta*, vol. 520, pp 1–19, 2011.
- [176] H.E. Kissinger, „Reaction kinetics in differential thermal analysis“, *Anal. Chem*, vol. 29, pp 1702 – 1706, 1957.
- [177] T. Ozawa, „Kinetic analysis of derivative curves in thermal analysis“, *J. Therm. Anal.*, vol. 2, pp 301 – 324, 1970.
- [178] V. Zhukova, N.A. Usov, A. Zhukov and J.Gonzalez, „Length effect in a Co-rich amorphous wire“, *Phys. Rev. B*, vol. 65, pp 34407/1 – 134407/7, 2002.
- [179] R. Surla, N. Mitrović, J. Orelj, V. Joksimović, „The magnetoimpedance effect and principles of measuring”, *TIE 2018*, 7th Technics and informatics in education, pp 328-333 Čačak, Serbia, 25 – 27 May 2018.

ПРИЛОЗИ:

Прилог 1 Систем Хелмхолцових калемова са означеним величинама за прорачун поља



Параметри за прорачун:

$$H = H_1 + H_2 = \frac{NI}{2L} (\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2 + \cos \beta_1 - \cos \beta_2)$$

$$\alpha_1 = \arctg(a/x), \text{ за } 0 < x < c$$

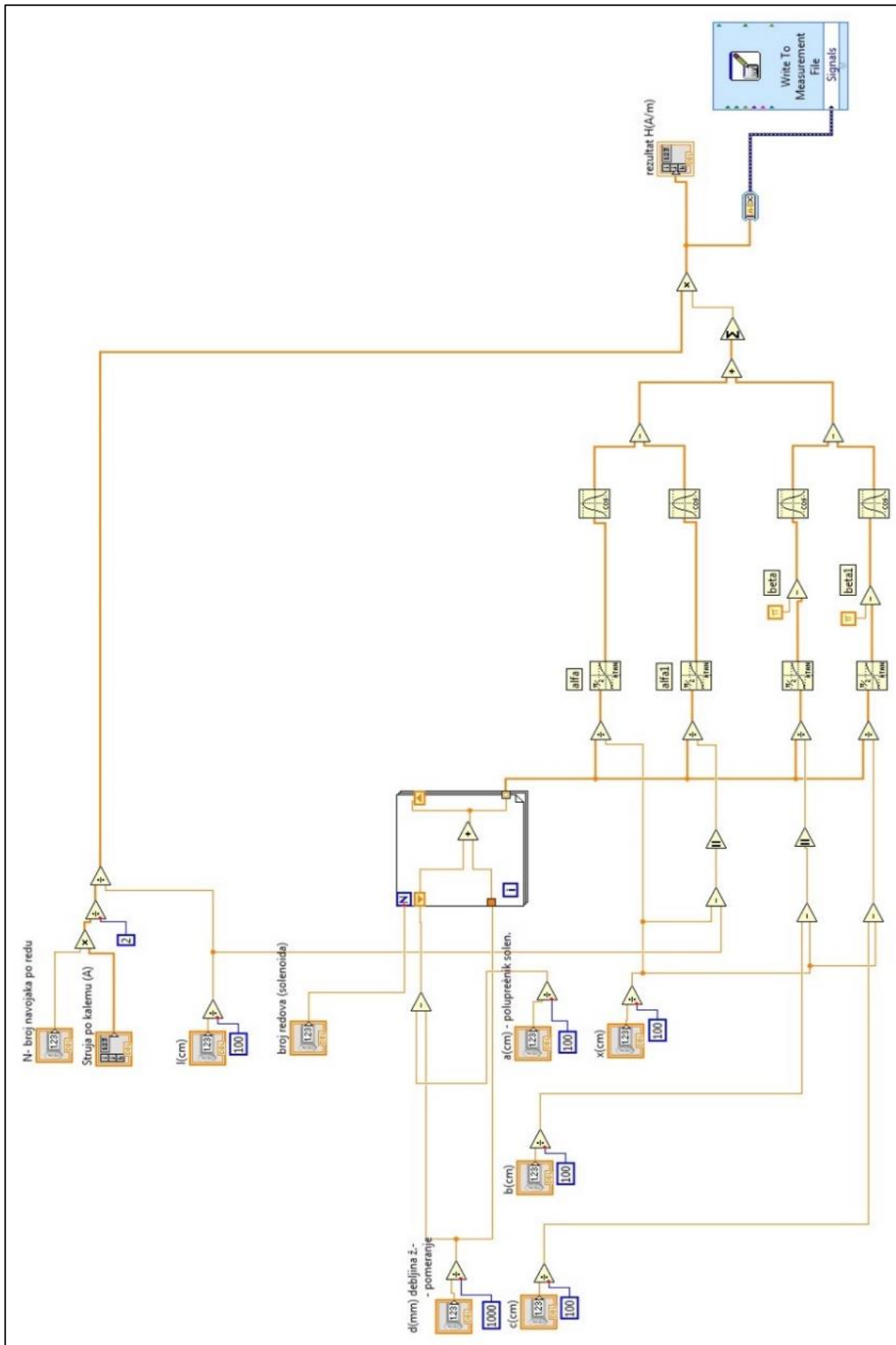
$$\alpha_2 = \pi - \arctg(a/(L-x)), \text{ за } 0 < x < L$$

$$\alpha_2 = \pi/2, \text{ за } x = L$$

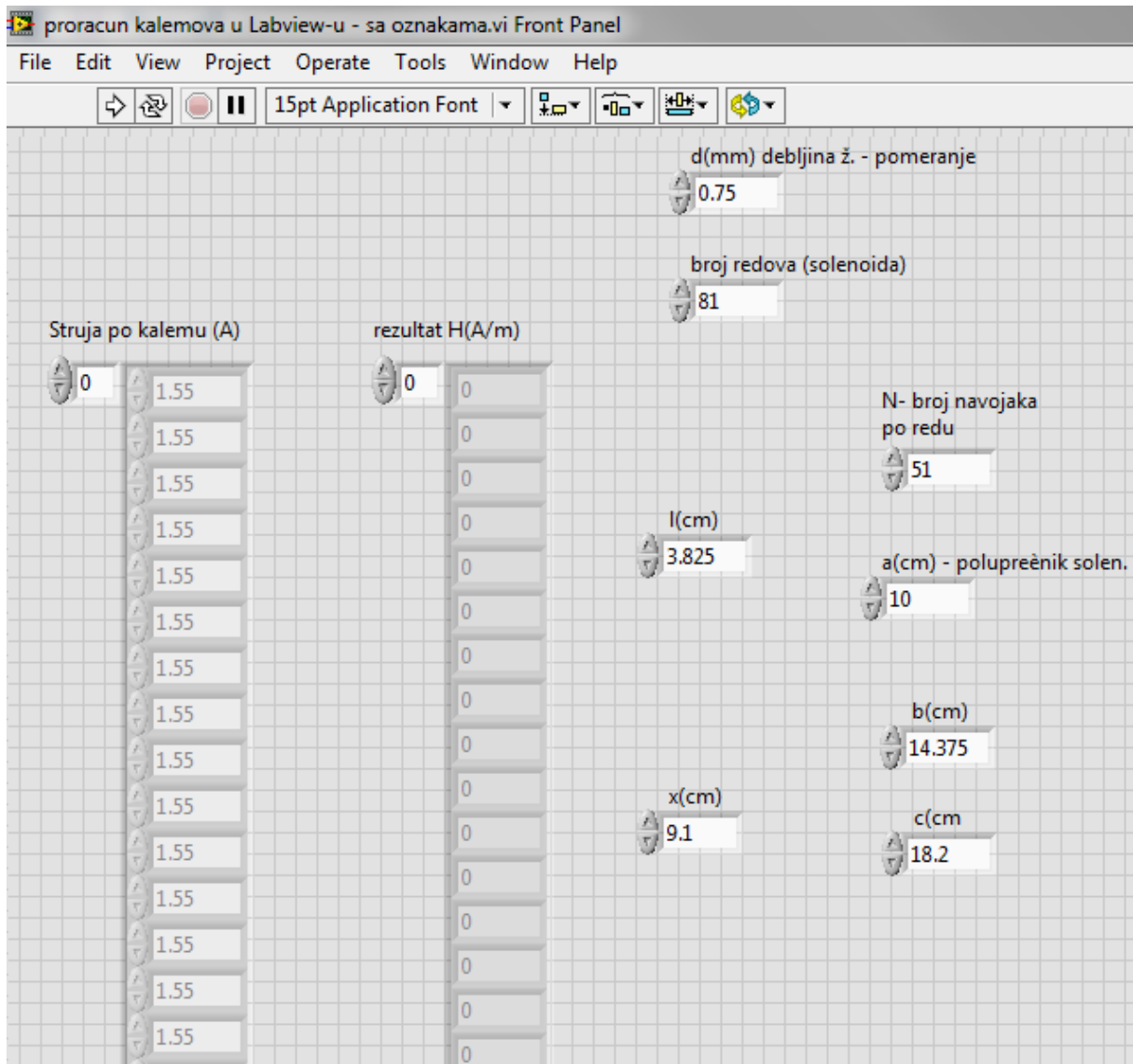
$$\beta_1 = \pi - \arctg(a/(b-x)), \text{ за } 0 < x < b$$

$$\beta_1 = \arctg(a/(x-b)), \text{ за } b < x < c$$

Прилог 2 Блок дијаграм „G”- програма на Labview платформи за прорачун поља у оси Хелмхолцових калемава.



Прилог 3 Предњи панел „G” - програма на Labview платформи за прорачун поља у
оси Хелмхолцових калемова

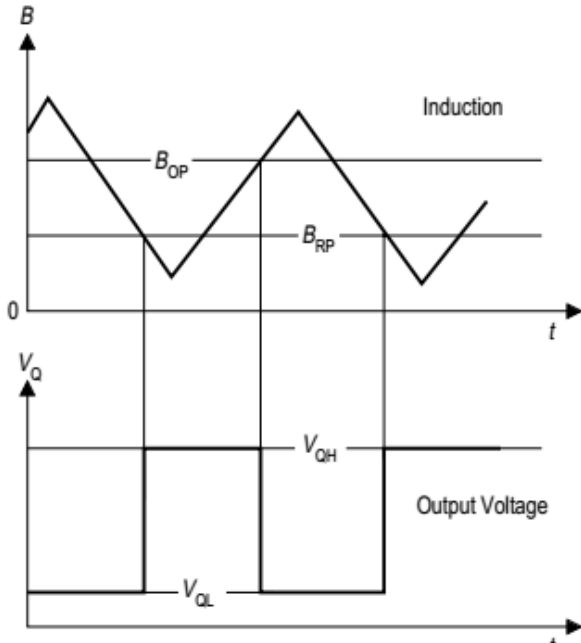


Прилог 4 Техничка спецификација Холовог прекидача „TLE 4905 L“

SIEMENS

Uni- and Bipolar Hall IC Switches for Magnetic Field Applications

TLE 4905 L; TLE 4935 L;
TLE 4935-2 L; TLE 4945 L;
TLE 4945-2L

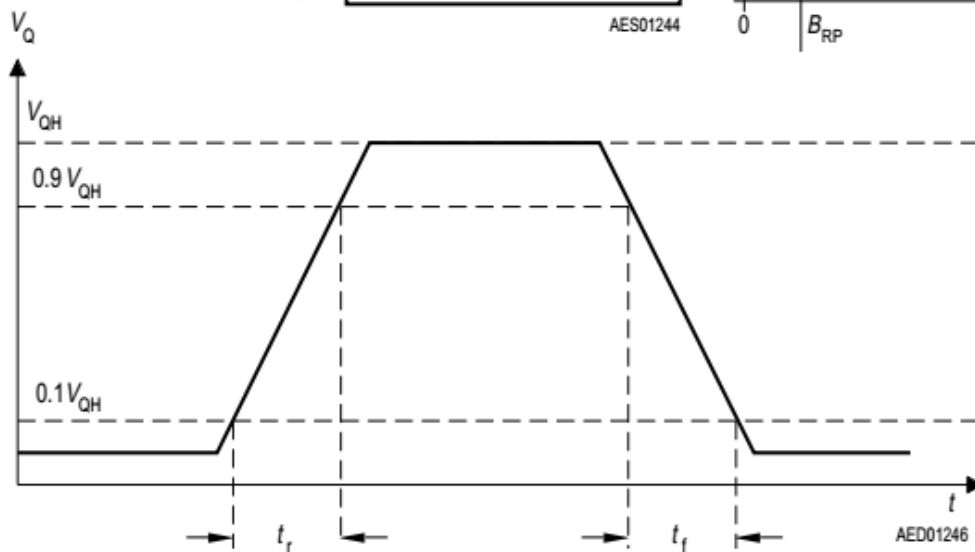
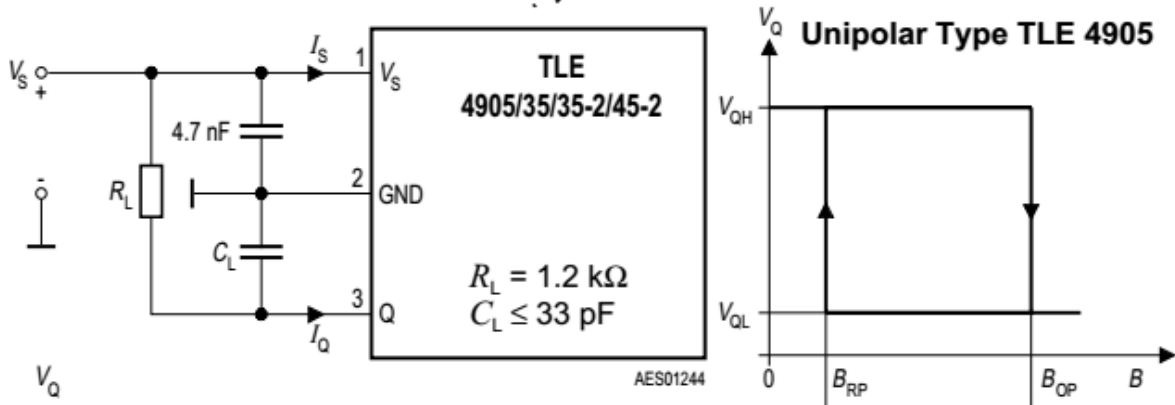


Magnetic Characteristics

$3.8 \text{ V} \leq V_S \leq 24 \text{ V}$

Junction Temperature $T_j = 25 \text{ }^\circ\text{C}$

Parameter	Symbol	Limit Values		Unit
		TLE 4905 unipolar		
		min.	max.	
Turn-ON induction	B_{OP}	7	18	mT
Turn-OFF induction	B_{RP}	5	16	mT
Hysteresis ($B_{OP}-B_{RP}$)	ΔB_{HY}	2	6	mT



БИОГРАФИЈА

Радослав Сурла рођен је 16. јануара 1974. године у Загребу, основну школу завршио је у Оџацима, са одличним успехом. Техничку средњу војну школу (ТСВШ) у Загребу, смер електро-енергетика, је завршио 1992. године у Крушевцу са одличним успехом. Исте године је засновао радни однос као подофицир Војске Србије (тада Југославије) у гарнизону Ћуприја. Тада је уписао Вишу техничку школу у Нишу, смер Електроника и дипломирао је 1995. године. Школске 2000/2001 године уписао је студије на Техничком факултету у Чачку (садашњи Факултет техничких наука у Чачку), где је дипломирао 2003. године и стекао звање дипломираног инжењера електротехнике.

Научноистраживачким радом се бави од 2013. године у оквиру докторских академских студија које је исте године уписао на Факултету техничких наука у Чачку, на студијском програму „Електротехничко и рачунарско инжењерство“, модул „Савремени материјали и технологије у електротехници“. Током научноистраживачког рада објавио је три научна рада у међународним часописима и осам саопштења на научним конференцијама.

Током академског образовања, Радослав Сурла је сво време у радном односу у Војсци Србије, где је променио више дужности, од техничарских на почетку радне каријере (са подофицирским чиновима), до инжењерских са стицањем звања дипломираног инжењера електротехнике (са официрским чиновима).

Објављени радови:

Рад у истакнутом међународном часопису M22, ИФ/2019 1,172:

1. **R. Surla**, N. Mitrović, M. Vasić, D. Minić, „The Inverted Hysteresis Loops and Exchange Bias Effects in Amorphous/Nanocrystalline $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ Ribbons at Room Temperature“, Sci. Sint., vol.52(3) pp. 283-298, 2020, ISSN: 1820-7413.

Рад у врхунском међународном часопису M21, ИФ/2017 1,887:

2. M.Vasić, **R. Surla**, D. Minić, Lj. Radović, N. Mitrović, A. Maričić, and D. Minić, „Thermally Induced Microstructural Transformations of $Fe_{72}Si_{15}B_8V_4Cu_1$ Alloy“, Metallurgical and Materials Transactions A, Physical Metallurgy and Material, Vol. 48a, (2017), pp. 4393-4402, ISSN: 1073-5623.

Рад у националном часопису међународног значаја M24

3. **R. Surla**, N. Mitrović, S. Đukić, V. Ibrahimović “Amorphous $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ Ribbon as Magneto-Impedance Sensing Element”, Serbian Journal of Electrical Engineering, Vol. 13, No. 3, (2016), 381-394 DOI: 10.2298/SJEE1603381S, Print ISSN: 1451-4869, eISSN: 2217-7183.

Радови саопштени на међународним скуповима штампани у целини M 33

4. **R.Surla**, M.Vasić, N. Mitrović, Lj. Radović, Lj. Totovski, D. Minić, „Thermal Stability and Microstructural Changes Inducted by Annealing in Nanocrystalline $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ Alloy“, ОТЕН, 7th International Scientific Conference on Defensive Technologies, Belgrade, 6-7 October 2016, ID_159. ISBN 978-86-81123-82-9.
5. **R. Surla**, N. Mitrović, J. Orelj, V. Joksimović, „The Magnetoimpedance Effect and principles of Measuring”, TIE 2018, 7th Technics and Informatics in Education, Čačak, Serbia, 25 – 27 May 2018, pp 328-333, ISBN 978-86-7776-226-1

6. **R. Surla**, M. Vasić, Lj. Radović, Dušan M. Minić, O. Kosić, A. Maričić, Dragica M. Minić, “ Effects of Mechanical and Thermal Activations On Magnetic Properties of Nanostructured Mixture $\text{Ni}_{85.8}\text{Fe}_{10.6}\text{Cu}_{2.2}\text{W}_{1.4}$ ”, OTEH 2018, 8th International Scientific Conference on Defensive Technologies, Belgrade, 11-12 October 2018, ID_145, ISBN 978-86-81123-88-1.
7. M. Vasić, **R. Surla**, T. Žák, N. Pizúrová, Dušan M. Minić, Dragica M. Minić, “Thermally Induced Crystallization of $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ Amorphous Alloy”, OTEH 2018, 8th International Scientific Conference on Defensive Technologies, Belgrade, 11-12 October 2018, ID_146, ISBN 978-86-81123-88-1.
8. **R. Surla**, M. Vasić, N. Mitrović, D. Minić „Synthesis and Characterization of $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ Metallic Glass Ribbons Prepared by Melt Spinning Casting“ OTEH 2020, 9th International Scientific Conference on Defensive Technologies, Belgrade, 15-16 October 2020, ID 116, ISBN 978-86-81123-83-6.

Радови саопштени на међународним скуповима штампани у изводу М 34

9. M. M. Vasić, **R. Surla**, J. Papan, N. Begović, N. Mitrović and D. M. Minić „Thermally Induced Structural Transformations of Multicomponent $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ Alloy“, PHYSICAL CHEMISTRY 2016, 13th International Conference on Fundamental and Applied Aspects of Physical Chemistry, September 26-30, 2016, Belgrade, Serbia, Proceedings Volume II, p.597 ISBN 978-86-82475-33- 0.
10. N. Mitrović, **R. Surla**, A. Kalezić-Glisović, M. Kićanović, D. Minić „Magnetoimpedance Effect of Metastable $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ Alloy Ribbons“, YUCOMAT 2015 Conference, Herceg Novi, Montenegro, August 31 – September 4, 2015, Book of Abstracts p.69 ISBN 978-86-919111-0-2.

Радови саопштени на скупу националног значаја штампани у целини – М 63

11. **Р. Сурла**, Н. Митровић, С. Ђукић, В. Ибрахимовић „Магнетноимпедансни ефекат аморфне траке $\text{Fe}_{72}\text{Cu}_1\text{V}_4\text{Si}_{15}\text{B}_8$ “, Зборник 60. конференције за електронику, телекомуникације, рачунарство, аутоматику и нуклеарну технику ЕТРАН 2016, Златибор, 13. до 16. јуна 2016. године, ISBN 978-86-7466-618-0 стр. NM1.2.1-6. (рад награђен на секцији Нови материјали).
 12. **Р. Сурла**, Н. Митровић, В. Ибрахимовић, М. Васић, Д. Минић, С. Милетић „Оптимизација магнето-импедансног сензора на бази метастабилне Fe-Cu-V-Si-B легуре“, Зборник 61. Конференције за електронику, телекомуникације, рачунарство, аутоматику и нуклеарну технику, ЕТРАН 2017, Кладово, 05. до 08. јуна 2017, ISBN 978-86-7466-692-0 стр. NM1.2.1-6.
- Техничко решење „Контролисани генератор хомогеног магнетног поља у оси калемова са методом карактерисања калемова и њихове хомогености” је у поступку признавања код надлежног Матичног научног одбора МПНТР.

UDK: 669.018; 676.017.5; 532.74

The Inverted Hysteresis Loops and Exchange Bias Effects in Amorphous/Nanocrystalline $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ Ribbons at Room Temperature

Radoslav Surla¹, Nebojša Mitrović^{1*}, Milica Vasić², Dragica Minić²

¹Joint Laboratory for Advanced Materials, Section for Amorphous Systems, Faculty of Technical Sciences, University of Kragujevac, Svetog Save 65, 32 000 Čačak, Serbia

²Faculty of Physical Chemistry, University of Belgrade, Studentski trg 12-16, 11 000 Belgrade, Serbia

Abstract:

The influence of thermally induced microstructural transformations on magnetic properties of $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ ribbon with combined amorphous/nanocrystalline structure is presented. The experiments showed that thermally induced structural changes are in correlation with the appearance of magnetic hysteresis, i.e. with inverted hysteresis loops (IHL) and exchange bias (EB) effects. It was found that the ratio of surface to volume of a ribbon sample have an influence on hysteresis loop appearance. The inverted hysteresis loops were observed for the 1.5 mm wide and 55 μm thick alloy samples shorter than 10 mm, but for the samples longer than 10 mm hysteresis loops were normal. With an increase of annealing temperature, a shift of the hysteresis loops measured at room temperature was noticed. The highest positive exchange bias field H_{eb} was observed for the sample annealed at 723 K, together with the lowest magnetic field at which the changes from inverted to normal hysteresis loop occurred. Annealing at the temperature of 823 K resulted in negative H_{eb} .

Keywords: $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ ribbon; Amorphous/nanocrystalline structure; Inverted hysteresis loops; Exchange bias; Magnetic properties.

1. Introduction

The nanocrystalline iron based alloys obtained from the starting amorphous precursors prepared by rapidly quenching technology are interesting topics in the field of the alloy research since they have excellent soft magnetic properties [1-4]. Moreover, in comparison with other iron based systems prepared by sintering technology [5-8], amorphous Fe-based ribbons have competitive functional properties. The Fe-Cu-M-Si-B (M = Cr, V, Mo, Nb, Ta, W) „FINEMET” type alloys with amorphous/nanocrystalline structure have been the subject of numerous scientific studies [9-13]. By selecting M-element different nanostructures were obtained. The experiments indicate that the best soft magnetic properties were attained in the alloys with the optimum α -Fe (Si) nanocrystalline grain size, which can be evolved by controlled annealing of the starting amorphous structure.

A recent investigation of thermally induced structural transformations of $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ alloy with combined amorphous/nanocrystalline structure showed that

Thermally Induced Microstructural Transformations of Fe₇₂Si₁₅B₈V₄Cu₁ Alloy



MILICA M. VASIĆ, RADOSLAV SURLA, DUŠAN M. MINIĆ, LJUBICA RADOVIĆ, NEBOJŠA MITROVIĆ, ALEKSA MARIČIĆ, and DRAGICA M. MINIĆ

Thermal stability, mechanism, and kinetics of thermally induced microstructural transformations and their effects on magnetic permeability of Fe₇₂Si₁₅B₈V₄Cu₁ alloy with combined amorphous/nanocrystalline structure were studied. DTA curves revealed two separated thermally activated exothermic events in the temperature ranges from 740 K to 820 K (467 °C to 547 °C) and 870 K to 930 K (597 °C to 657 °C). Crystalline phases present in the as-prepared and thermally treated alloy samples were identified, and their microstructural parameters were determined using XRD, while, to gain further insight into the mechanism of microstructural transformations, AFM and SEM-EDS analyses were performed. Deconvolution of the complex DTA peak into individual steps was conducted, and, in correlation with the results of microstructural analysis, kinetic triplets corresponding to individual transformation steps were determined, allowing for the estimation of the lifetimes of the alloy at different temperatures. Magnetic permeability measurements showed that, in spite of the influence of microstructural transformations on magnetic properties of the alloy, the favorable magnetic properties are retained over relatively a wide temperature range.

DOI: 10.1007/s11661-017-4182-y

© The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International 2017

I. INTRODUCTION

NANOCRYSTALLINE alloys obtained from amorphous precursors have been attracting great scientific interest in recent years due to their potential application in different fields, which are based on their favorable isotropic functional properties.^[1–5] Due to kinetic and thermodynamic metastability, the amorphous materials are prone to structural stabilization under conditions of high temperature or pressure, or even during prolonged use at moderate temperatures, leading to formation of nanostructured materials with advanced mechanical and physical properties. Constructional Al-based alloys and magnetically soft and magnetically hard Fe-based alloys represent important groups of nanocrystalline materials obtained from amorphous precursors.^[2] Their basic characteristic is crystallite diameter, while the optimal volume fraction of nanocrystals depends on the desired application. Thus, to obtain favorable, hard magnetic

properties, it is necessary to achieve full or almost full crystallization, but on the other hand, the optimal soft magnetic and mechanical properties are exhibited when the material is in partially crystallized form, consisting of nanocrystals embedded in amorphous matrix.^[1–3]

Although nanocrystalline materials of special technological interest can be produced using various methods and different starting phases,^[2] the production from the amorphous precursor represents relatively simple way to obtain materials with desired properties. For this purpose, it is necessary to achieve fast nucleation and slow crystal growth rate.^[2] These properties can be obtained by an appropriate choice of chemical composition of an initial alloy as well as thermal treatment procedure. The first nanocrystalline alloy which exhibits soft magnetic properties, obtained by crystallization of an amorphous alloy, was the one with chemical composition: Fe-Cu-Nb-Si-B, known under the trade name FINEMET.^[6] The presence of Cu and Nb elements has a crucial role for creation of nanocrystalline structure. In this case, Cu atoms form clusters which serve as heterogeneous nucleation sites for crystallization of α -Fe(Si) phase, leading to higher nucleation rate.^[7,8] On the other hand, Nb atoms, extruded out of the α -Fe(Si) grains, diffuse very slowly to the amorphous matrix due to the large atomic radius. In this way, concentration-gradient layer of Nb atoms grouping around grain hinders diffusion of Fe and Si atoms, slowing down the crystal growth rate.^[7,9] Partial

MILICA M. VASIĆ, and DRAGICA M. MINIĆ are with the Faculty of Physical Chemistry, University of Belgrade, Belgrade, Serbia. Contact e-mails: drminic@gmail.com, dminic@ffh.bg.ac.rs
RADOSLAV SURLA, NEBOJŠA MITROVIĆ, and ALEKSA MARIČIĆ are with the Faculty of Technical Sciences, University of Kragujevac, Čačak, Serbia. DUŠAN M. MINIĆ and LJUBICA RADOVIĆ are with the Military Technical Institute, Belgrade, Serbia.
Manuscript submitted February 23, 2017.
Article published online June 26, 2017

ДОДАТАК

Образац 1

A) ИЗЈАВА АУТОРА О ОРИГИНАЛНОСТИ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ

Ја, Радослав С. Сурла, изјављујем да докторска дисертација под насловом:

„УТИЦАЈ ОДГРЕВАЊА НА СТРУКТУРНЕ ТРАНСФОРМАЦИЈЕ И МАГНЕТНА СВОЈСТВА ЛЕГУРЕ $Fe_{72}Cu_1V_4Si_{15}B_8$ “,

која је одбрањена на Факултету техничких наука у Чачку, Универзитета у Крагујевцу представља *оригинално ауторско дело* настало као резултат *сопственог истраживачког рада*.

Овом Изјавом такође потврђујем:

- да сам *једини аутор* наведене докторске дисертације,
- да у наведеној докторској дисертацији *нисам извршио/ла повреду* ауторског нити другог права интелектуалне својине других лица,
- да умножени примерак докторске дисертације у штампаној и електронској форми у чијем се прилогу налази ова Изјава садржи докторску дисертацију истоветну одбрањеној докторској дисертацији.

У Чачку, 24.12.2020. године,



потпис аутора

Б) **ИЗЈАВА АУТОРА О ИСКОРИШЋАВАЊУ ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ**

Ја, Радослав С. Сурла,

дозвољавам

не дозвољавам

Универзитетској библиотеци у Крагујевцу да начини два трајна умножена примерка у електронској форми докторске дисертације под насловом:

„УТИЦАЈ ОДГРЕВАЊА НА СТРУКТУРНЕ ТРАНСФОРМАЦИЈЕ И МАГНЕТНА

СВОЈСТВА ЛЕГУРЕ Fe₇₂Cu₁V₄Si₁₅B₈“,

која је одбрањена на Факултету техничких наука у Чачку,

Универзитета у Крагујевцу, и то у целини, као и да по један примерак тако умножене докторске дисертације учини трајно доступним јавности путем дигиталног репозиторијума Универзитета у Крагујевцу и централног репозиторијума надлежног министарства, тако да припадници јавности могу начинити трајне умножене примерке у електронској форми наведене докторске дисертације путем *преузимања*.

Овом Изјавом такође

дозвољавам

не дозвољавам²

² Уколико аутор изабере да не дозволи припадницима јавности да тако доступну докторску дисертацију користе под условима утврђеним једном од *Creative Commons* лиценци, то не искључује право припадника јавности да наведену докторску дисертацију користе у складу са одредбама Закона о ауторском и сродним правима.

припадницима јавности да тако доступну докторску дисертацију користе под условима утврђеним једном од следећих *Creative Commons* лиценци:

- 1) Ауторство
- ② Ауторство - делити под истим условима
- 3) Ауторство - без прерада
- 4) Ауторство - некомерцијално
- 5) Ауторство - некомерцијално - делити под истим условима
- 6) Ауторство - некомерцијално - без прерада³

У Чачку, 24.12.2020. године,



потпис аутора

³ Молимо ауторе који су изабрали да дозволе припадницима јавности да тако доступну докторску дисертацију користе под условима утврђеним једном од *Creative Commons* лиценци да заокруже једну од понуђених лиценци. Детаљан садржај наведених лиценци доступан је на: <http://creativecommons.org.rs/>