

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования «Национальный исследовательский технологический университет
«МИСИС»

На правах рукописи

Гудошников Сергей Александрович

УПРАВЛЕНИЕ СВОЙСТВАМИ АМОΡФНЫХ
ФЕРРОМАГНИТНЫХ МИКРОПРОВОДОВ НА ОСНОВЕ Co
И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В СЕНСОРНЫХ СИСТЕМАХ

Специальность 1.3.8 - физика конденсированного состояния

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени

доктора физико-математических наук

Научный консультант: доктор физико-математических наук

Калошкин Сергей Дмитриевич

Москва – 2026

ОГЛАВЛЕНИЕ

2 ВВЕДЕНИЕ	7
1 Глава 1. Аморфные ферромагнитные микропровода в стеклянной оболочке, их свойства и применения	18
1.1 Покрытые стеклянной оболочкой аморфные ферромагнитные микропровода: особенности свойств и технологии изготовления.	19
1.1.1 Объект исследования.	19
1.2 Магнитные свойства микропроводов на основе железа	24
1.2.1 Перемагничивание микропроводов гигантским скачком Баркгаузена	25
1.2.2 Применение микропроводов в качестве магнитных меток.....	28
1.3 Магнитные свойства микропроводов на основе кобальта.....	31
1.3.1 Свойства микропроводов (Испания)	32
1.3.2 Свойства микропроводов ИМЕТ РАН (Россия).....	34
1.4 Применение микропроводов в качестве концентраторов магнитного потока	40
1.4.1 Исследование магнитных полей рассеяния микропроводов с помощью сканирующего СКВИД-магнитометра	41
1.4.2 Сканирующий магнитометр СКВИД-магнитопровод для исследования объектов при комнатной температуре	45
1.5 Выводы по разделу 1	49
2 Глава 2. Объект и методы исследования.....	51
2.1 Объект исследования – аморфные ферромагнитные микропровода покрытые стеклянной оболочкой.....	52
2.2 Технологические особенности литья микропроводов методом Улитовского – Тейлора в НИТУ МИСИС.....	54
2.3 Методы исследования свойств микропроводов.....	58
2.3.1 Вибромагнитометрия, измерение петель гистерезиса.....	58

2.3.2 Измерение динамических петель гистерезиса.....	60
2.3.3 Метод измерения малоуглового вращения вектора намагниченности микропровода.....	62
2.3.4 Методы измерения магнитоимпедансных характеристик.	65
2.3.5 Термообработка методом Джоулева нагрева с одновременным контролем резистивных свойств микропроводов.	71
2.3.6 Порошковая (на просвет) рентгеновская дифракция с применением источника синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов»	80
2.3.7 Сканирующие магнитные методы	83
2.4 Выводы по главе 2.....	86
3 Глава 3. Изготовление, характеристики и модификация свойств аморфных ферромагнитных микропроводов	88
3.1 Особенности изготовления и свойства аморфных ферромагнитных микропроводов состава Fe-Co-Cr-Si-B.....	88
3.1.1 Изготовление аморфных ферромагнитных микропроводов состава $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ с содержанием Cr 0 – 8 % ат.	88
3.1.2 Магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов с разным содержанием Cr.....	90
3.1.3 Электрические свойства ферромагнитных микропроводов с разным содержанием Cr в аморфном состоянии	92
3.1.3.1 Влияние структурной релаксации на электросопротивление	94
3.2 Свойства аморфных ферромагнитных микропроводов с составом металлической жилы $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	100
3.3 Модификация свойств аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Co	107
3.3.1 Модификация свойств аморфных ферромагнитных микропроводов травлением стеклянной оболочки.....	108
3.3.2 Модификация свойств аморфных ферромагнитных микропроводов Джоулевым нагревом	112

3.3.2.1 Особенности режимов термообработки	112
3.3.2.2 Магнитные и ГМИ свойства ферромагнитных микропроводов при Джоулевом нагреве	118
3.4 Свойства отрезков микропроводов на основе Co	123
3.4.1 Распределение магнитной индукции над отрезками Co микропроводов.....	124
3.4.2 Вариационная модель для определения продольной намагниченности в отрезках Co микропроводов	126
3.4.3 Модель концевой домена в Co и Fe микропроводах.....	133
3.5 Выводы по главе 3.....	139
4 Глава 4. Температурные датчики сопротивления (ТДС) на основе Co микропроводов	140
4.1 Электрические свойства микропроводов состава Co-Fe-Cr-Si-B в кристаллизованном состоянии	141
4.1.1 Фазовые превращения в процессе кристаллизации	142
4.1.2 Электрические свойства при кристаллизации микропроводов	147
4.2 Применение кристаллизованных микропроводов состава Co-Fe-Si-B для создания быстродействующих миниатюрных ТДС	156
4.2.1 Конструкция и технология изготовления температурного датчика сопротивления.....	157
4.2.2 Калибровочные испытания ТДС.....	160
4.2.3 Магнитные свойства ТДС.....	162
4.3 Выводы по 4 главе.....	165
5 Глава 5. Эффект малоуглового вращения намагниченности и датчики механических напряжений на его основе	166
5.1 Модель метода малоуглового вращения вектора намагниченности в микропроводах	167
5.1.1 Магнитная анизотропия аморфного микропровода в стеклянной оболочке.	167

5.1.2 Модель метода малоуглового вращения вектора намагниченности	168
5.2 Экспериментальное обоснование предложенной модели	172
5.3 Прототипы датчиков механических напряжений.....	177
5.3.1 Эффект перемагничивания микропровода и датчики механических напряжений на его основе	177
5.3.2 Эффект малоуглового вращения намагниченности в микропроводах и датчики механических напряжений на его основе	184
5.4 Выводы главы 5	191
6 Глава 6. Эффект недиагонального магнитоимпеданса и магнитные датчики на его основе	192
6.1 Модель недиагонального магнитоимпедансного эффекта в аморфном ферромагнитном микропроводе с геликоидальной анизотропией.....	194
6.1.1 Распределение намагниченности в аморфных ферромагнитных микропроводах.....	195
6.1.2 Расчет компонент тензора магнитоимпеданса.	203
6.2 Недиагональный магнитоимпедансный датчик с геликоидальной анизотропией и ГМИ-магнитометр на его основе.	211
6.2.1 Характеристики ГМИ-датчика на основе аморфного ферромагнитного микропровода	211
6.2.2 Работа ГМИ-сенсора в режиме магнитометра	216
6.2.3 Однокомпонентный цифровой ГМИ-магнитометр.	219
6.3 Сканирующий ГМИ-магнитометр	221
6.3.1 Конструкция ГМИ-датчика и сканирующего ГМИ-магнитометра.	221
6.3.2 Магнитные поля токов проводимости и коррозионных токов.	224
6.3.3 Магнитные поля ансамблей наночастиц оксида железа в образцах тонеров лазерных принтеров.....	228

6.3.4 Магнитные поля рассеяния образцов аустенитных сталей.....	230
6.4 Выводы по главе 6.....	235
7 Заключение.....	237
8 Список использованной литературы	240
1 Приложение А.....	261
9 Приложение Б	263
10 Приложение В.....	265

ВВЕДЕНИЕ

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы диссертационной работы

Аморфные ферромагнитные микропровода в стеклянной оболочке с полным диаметром до 40 мкм и диаметром металлического кора 10-30 мкм, полученные методом закалки из расплава Тейлора-Улитовского, представляют собой новый материал, перспективный для множества технических приложений. Уникальные электродинамические и магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов определяются их совершенной цилиндрической формой, предельно малым значением коэрцитивной силы, высокой намагниченностью насыщения и низкой плотностью различного рода дефектов структуры. Повышенный интерес к аморфным микропроводам связан с рядом наблюдаемых в них новых эффектов, таких как магнитная бистабильность (гигантский скачок Баркгаузена), гигантский магнитоимпеданс (ГМИ-эффект) и возможностью их использования в миниатюрных чувствительных элементах различных сенсоров.

На современном этапе в большинстве применений используются микропровода из сплавов на основе железа. Такие микропровода применяются при изготовлении поглощающих электромагнитных материалов, магнитных меток, миниатюрных импульсных трансформаторов и др. Одновременно с этим, для решения задач радиоэлектронной промышленности и приборостроения, появился запрос на микропровода из сплавов на основе кобальта с низкой магнитострикцией насыщения, $\lambda_s < 10^{-6}$. В настоящее время их применение в современной технике ограничивается рядом внутренних недостатков. Основные из них это сильная зависимость магнитных свойств от условий аморфизации, низкая повторяемость характеристик при изготовлении и температурно-временная нестабильность. Поэтому принципиально важными, требующими специальных исследований, являются вопросы получения аморфных ферромагнитных микропроводов из сплавов на основе кобальта с заданными

свойствами, разработка новых экспериментальных методов изучения их физических свойств с учетом крайне малых (микронных) размеров, а также создание прототипов сенсоров различного назначения. Решение указанных проблемных вопросов во многом связано с выбором прецизионного состава кобальтовых сплавов, оптимизацией технологических режимов изготовления и управлением структурной релаксацией аморфных ферромагнитных микропроводов.

В данной работе, с учетом современных требований к миниатюризации, повышению чувствительности и увеличению надежности электронных устройств, предложена новая концепция, направленная на получение аморфных ферромагнитных микропроводов системы Co-Fe-Cr-Si-B с определенными электрическими, магнитными и температурными характеристиками и создание на их основе прототипов температурных, стресс-чувствительных и магнитных сенсоров для новых технических приложений. Диссертационная работа обобщает результаты исследований аморфных ферромагнитных микропроводов в стеклянной оболочке, изготовленных методом Улитовского–Тейлора, выполненные автором за период с 2001 по 2026 г., в том числе в рамках следующих проектов:

– Соглашение № 14.587.21.0010, проект: «Разработка метода малоуглового вращения вектора намагниченности для исследования свойств ферромагнитных микропроводов». Руководитель (2014 г)

– СЧ НИР контракта № 1/2015 шифр «Номинал-ИМ» «Исследование и оптимизация характеристик аморфных ферромагнитных микропроводов и тонких пленок». Руководитель (2015 г)

– Государственный контракт №209/1022-018 «Разработка мобильного диагностического комплекса определения и прогнозирования состояния исследуемых объектов и сооружений». Ответственный исполнитель (2015г)

– Грант К2-2015-018. «Разработка и применение аморфных ферромагнитных микропроводов для создания новых сенсоров, композиционных материалов и устройств на их основе». Ответственный исполнитель (2015-2018 гг.)

– Проект №3.7477.2017/ВУ «Организация проведения научных исследований» в рамках Государственного задания в сфере научной деятельности, тема: «Разработка интеллектуальных композитных материалов и высокочувствительных устройств на основе аморфных ферромагнитных микропроводов и лент». Руководитель (2017–2019 гг.).

– Грант РФФИ 20-19-00607 «Инжиниринг структурных и электромагнитных свойств аморфных ферромагнитных микропроводников на основе кобальта» Руководитель (2020-2022 гг.),

– Программа стратегического академического лидерства «Приоритет-2030», НИР № 1192, проект № -СП1-ПО1 «Высокочувствительная сканирующая ГМИ-магнитометрия для неразрушающего контроля структурных и коррозионных дефектов на примере изделий из нержавеющей стали объектов атомной энергетики». Руководитель (2023-2025 гг.),

Целью диссертационной работы является разработка концепции управления функциональными свойствами кобальтовых аморфных ферромагнитных микропроводов с околонулевой магнитострикцией и принципов построения на их основе температурных, стресс-чувствительных и магнитных сенсоров научного и технического назначения.

Для достижения цели поставлены следующие задачи

1. Оптимизация технологических режимов литья микропроводов методом Тейлора-Улитовского и получение опытных серий покрытых стеклянной оболочкой аморфных ферромагнитных микропроводов системы $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ с различным содержанием Cr ($x=0, 2, 4, 6, 8$).

2. Разработка метода управления функциональными свойствами аморфных ферромагнитных микропроводов за счет контролируемой термообработки с помощью Джоулева нагрева.

3. Исследование терморезистивных свойств микропроводов системы $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, находящихся в аморфном и кристаллизованном состоянии.

4. Разработка новых экспериментальных методов изучения магнитных свойств микропроводов, включающих измерение квазистатических и динамических петель гистерезиса, константы магнитострикции, внутренних закалочных напряжений, магнитоимпедансных характеристик, распределения магнитных полей рассеяния.

5. Комплексные исследования свойств изготовленных микропроводов в исходном состоянии и после управляемого Джоулева нагрева.

6. Исследование возможности создания температурных, стресс-чувствительных и магнитоимпедансных датчиков на основе микропроводов с определенными свойствами.

7. Изготовление миниатюрного магнитоимпедансного датчика и разработка экспериментального метода сканирующей ГМИ-магнитометрии для изучения локальных магнитных полей слабомагнитных объектов при комнатной температуре.

Научная новизна

1. Установлено, что микролегирование хромом вносит определяющий вклад в терморезистивные свойства микропроводов системы $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ ($x = 0, 2, 4, 6$ ат.%) и проявляется в аномальном характере температурной зависимости электрического сопротивления микропроводов в аморфном состоянии и в значительном изменении температурного коэффициента сопротивления микропроводов после их кристаллизации.

2. Предложена и запатентована новая методика управляемого Джоулева нагрева с непрерывным контролем электрического сопротивления, позволяющая получать аморфные ферромагнитные микропровода с определенными электрическими, структурными и магнитными свойствами.

3. Разработаны и запатентованы новые экспериментальные методы изучения основных магнитных характеристик аморфных ферромагнитных микропроводов, включающие метод малоуглового вращения вектора намагниченности, определения недиагональной и циркулярной диагональной компоненты магнитоимпедансного отклика, экспериментального нахождения распределения намагниченности микропровода при воздействии продольных и циркулярных магнитных полей.

4. Впервые получен набор комплексных характеристик образцов аморфных микропроводов состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, критически важных при их использовании в качестве чувствительных элементов стресс-чувствительных и магнитных сенсоров.

5. Определены терморезистивные и магнитные свойства аморфных и кристаллизованных микропроводов состава $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, используемых в качестве миниатюрных нагревательных элементов и температурных малобазных датчиков сопротивлений.

6. Разработаны новые методы сканирующей СКВИД-магнитометрии и ГМИ-магнитометрии для изучения локальных магнитных полей рассеяния слабомагнитных объектов; впервые получены изображения замыкающих магнитных доменов в микропроводах различных составов и диаметров.

Научная и практическая значимость работы

Исследованные в работе аморфные ферромагнитные микропровода на основе Со являются перспективным новым материалом для создания миниатюрных сенсоров. Реализованный в диссертационной работе комплексный подход к получению аморфных ферромагнитных микропроводов с определенными свойствами и изучению их физических свойств расширяет представления о взаимосвязи электрических и магнитных свойств аморфных ферромагнитных материалов с их составом, фазовым состоянием, технологией изготовления и термообработки. Предложенный и защищенный патентами способ термической обработки с непрерывным мониторингом электрического сопротивления

позволяет управлять режимами отжига микропроводов в аморфном и кристаллизованном состояниях.

Результаты проведенных исследований позволили сформулировать ряд физико-технических принципов построения и функционирования миниатюрных высокочувствительных датчиков. На основе полученных в ходе исследования микропроводов предложены и защищены патентами конструктивные особенности и способы изготовления температурных датчиков сопротивления, стресс-чувствительных и магниточувствительных (ГМИ) датчиков. Показана возможность их применений для контроля тепловых свойств композитных материалов, в задачах магнитной дефектоскопии и системах контроля механических деформаций.

Практическая значимость подтверждена патентами и актами о технологическом опробовании и внедрении полученных результатов.

Положения, выносимые на защиту

1. Закономерности влияния микролегирования хромом (Cr) и технологических режимов изготовления на физические свойства покрытых стеклянной оболочкой аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Co, полученных методом Тейлора–Улитовского.

2. Способ контролируемого Джоулева нагрева с непрерывной регистрацией электрического сопротивления, позволяющий управлять структурной релаксацией аморфных ферромагнитных микропроводов и целенаправленно модифицировать их функциональные свойства.

3. Основные закономерности поведения терморезистивных свойств микропроводов составов $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ в аморфном и кристаллизованном состояниях. Экспериментальное подтверждение наличия аномального температурного минимума электрического сопротивления в диапазоне температур от 200 °C до 300 °C в микропроводах содержащих Cr и максимальных значений температурного коэффициента сопротивления в кристаллизованных микропроводах без добавки Cr.

4. Набор экспериментальных методов изучения и контроля магнитных свойств микропроводов, включающий методы малоуглового вращения вектора намагниченности, индукционной и вибрационной магнитометрии, необходимый для измерения комплекса характеристик, используемых при проектировании сенсорных систем различного назначения.

5. Методика определения циркулярной диагональной и недиагональной компонент тензора магнитоимпеданса и экспериментальные магнитоимпедансные характеристики кобальтовых микропроводов в зависимости от условий термообработки, возбуждения высокочастотным током, воздействия постоянного тока, механических напряжений и температуры.

6. Экспериментальное подтверждение возможности создания температурных, стресс-чувствительных и магнитоимпедансных датчиков, в которых, в качестве чувствительных элементов, используются разработанные микропровода с определенными свойствами.

7. Экспериментальные методы сканирующей СКВИД-магнитометрии и ГМИ-магнитометрии для изучения локальных магнитных полей рассеяния слабомагнитных объектов. Основные закономерности поведения замыкающих магнитных доменов на концах отрезков аморфных ферромагнитных микропроводов в зависимости от состава, диаметров и приложенных внешних магнитных полей.

Достоверность научных результатов

Обеспечена комплексным подходом и использованием большого количества различных и взаимодополняющих экспериментальных методов, включая порошковую рентгеновскую дифрактометрию, дифференциальную сканирующую калориметрию; просвечивающую и сканирующую электронную и оптическую микроскопии, магнитные измерения методами индукционной и вибрационной магнитометрии, сканирующими методами СКВИД- и ГМИ-магнитометрии, обработкой полученных результатов с использованием специализированного программного обеспечения; хорошей повторяемостью и

воспроизводимостью экспериментальных и расчётных результатов, а также сопоставимостью полученных результатов с экспериментальными и теоретическими данными других авторов по тематике, близкой к теме диссертационного исследования, известными из научных публикаций и материалов международных и российских конференций.

Личный вклад автора

Представленная работа является обобщением проведенных исследований, основная часть которых выполнена либо лично автором, либо при его руководстве студентами и аспирантами. Вклад автора состоит в постановке цели и задач исследования, выборе путей их решения, обработке данных, анализе результатов, обобщении полученных закономерностей, формулировании выводов, подготовке статей в высокорейтинговых изданиях, документов по защите результатов интеллектуальной деятельности, технической документации. Все экспериментальные результаты, приведенные в диссертации, получены самим автором или при его непосредственном участии. В коллективных публикациях автору принадлежат защищаемые в диссертации положения и выводы.

Апробация работы. Основные результаты работы были представлены и обсуждены на регулярных международных и российских научных конференциях, таких как: International Conference on Superconductivity and Magnetism- (ICSM), International Advances in Applied Physics & Materials Science Congress & Exhibition (APMAS), Euro-Asian Symposium “ Trends in Magnetism“ (EASTMAG), Joint European Magnetic Symposia (JEMS), International Conference on Sensor Device Technologies and Applications, International Workshop on Magnetic Wires (IWMW), International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM), Moscow International Symposium on Magnetism (MISM), Международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (HMMM), Международная конференция «Новые материалы: перспективные технологии получения материалов и методы их исследования» (НМ), Российский

симпозиум «Современная химическая физика» (СХФ), Российская конференция «Магнетизм на Земле и в Космосе» (Пушковские чтения).

Реализация результатов работы.

Работа носит фундаментально-прикладной характер. Ее особенностью является комплексный подход, включающий изготовление методом Улитовского–Тейлора аморфных ферромагнитных микропроводов состава Co-Fe-Cr-Si-B, изучение их физических свойств и создание на основе микропроводов миниатюрных сенсорных устройств. Большинство разработанных методов контроля характеристик аморфных ферромагнитных микропроводов защищены патентами РФ, были изготовлены в виде лабораторных макетов и использовались в ходе разработки и при изготовлении чувствительных элементов и сенсоров на основе Co микропроводов. Результаты, полученные в работе, служат подтверждением практических выводов о возможности создания на основе Co ферромагнитных микропроводов новых температурных, стресс-чувствительных и магнитных сенсоров для научных и технических приложений.

Публикации. Основные результаты диссертации опубликованы в 2 главах в книгах, 41 статье, 14 патентах РФ, 2 международных патентах, 3 НОУ ХАУ и 1 программы для ЭВМ.

Содержание диссертации

Соответствует направлениям исследований Паспорта научной специальности 1.3.8.«Физика конденсированного состояния» по пп:

1. Теоретическое и экспериментальное изучение физической природы и свойств неорганических и органических соединений как в кристаллическом (моно- и поликристаллы), так и в аморфном состоянии, в том числе композитов и гетероструктур, в зависимости от их химического, изотопного состава, температуры и давления.
6. Разработка экспериментальных методов изучения физических свойств и создание физических основ промышленной технологии получения материалов с определенными свойствами.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, 6 глав, заключения, основных выводов, списка использованных источников из 172 наименований. Работа изложена на 267 страницах, содержит 103 рисунка, 17 таблиц, 3 приложения.

Работа организована следующим образом. В Главе 1 рассмотрено современное состояние темы исследований, представленных в работе, обобщаются известные литературные данные по свойствам аморфных ферромагнитных микропроводов, рассматриваются факторы, влияющие на структуру и физические свойства микропроводов и обсуждаются возможные методы оптимизации их характеристик. Приведены результаты работ автора, в которых на основе существующих аморфных ферромагнитных микропроводов были представлены первые прототипы практических устройств в виде магнитных меток и магнитоизмерительной головки СКВИД-магнитопровода. В Главе 2 даны описания аморфных ферромагнитных микропроводов, которые использовались в качестве образцов. Представлен метод Джоулева нагрева, позволяющего контролировать свойства микропроводов по их электрическому сопротивлению и управлять их свойствами путем выбора режимов нагрева, а также новые экспериментальные методы изучения магнитных свойств микропроводов, разработанные в ходе проведения исследований. В Главе 3 описаны особенности изготовления аморфных ферромагнитных микропроводов состава Co-Fe-Cr-Si-B с разным Cr содержанием методом Улитовского–Тейлора в НИТУ МИСИС, их магнитные и электрические свойства. Приведены результаты исследований свойств длинных образцов аморфных ферромагнитных микропроводов с составом металлической жилы $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ после их модификации в процессе термообработки и свойства замыкающих магнитных доменов в отрезках микропроводов. В Главе 4 приведены результаты разработки температурных датчиков сопротивления с использованием кристаллизованных микропроводов состава $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$. В Главе 5, на основе модернизированного метода малоуглового вращения вектора намагниченности микропровода, представлена

разработка датчиков измерения механических деформаций. В Главе 6 дано описание особенностей недиагонального ГМИ-эффекта в микропроводах состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, разработки миниатюрных ГМИ-датчиков и ГМИ-магнитометров для измерения однородных и локальных магнитных полей.

Глава 1. Аморфные ферромагнитные микропровода в стеклянной оболочке, их свойства и применения

Тенденция миниатюризации современных магнитных датчиков и приборов стимулирует развитие новых магнитных материалов с уменьшенной размерностью. Данная работа посвящена исследованию покрытых стеклянной оболочкой аморфных ферромагнитных микропроводов, представляющих собой перспективный класс одномерных магнитных материалов. Их получают методом быстрой закалки из расплава по специализированной технологии Тейлора – Улитовского. Повышенный исследовательский и прикладной интерес к микропроводам обусловлен набором уникальных магнитных характеристик, среди которых:

- магнитная бистабильность;
- рекордная магнитная мягкость;
- выраженная чувствительность магнитных свойств к механическим напряжениям;
- эффект гигантского магнитоимпеданса.

Эти особенности делают микропровода востребованными для широкого спектра технических решений и открывают возможности для создания высокочувствительных миниатюрных устройств.

Проведенные предварительные исследования показали, что для получения микропроводов с определенными свойствами и их использования в прикладных задачах, необходимо направленное воздействие на состав, геометрические размеры и структуру материалов данного класса, а также комплексный контроль их магнитных и электрических свойств. Поэтому особенностью данного исследования стало объединение задач развития собственной технологии производства микропроводов на установке НИТУ МИСИС и технологии их последующей термообработки, а также разработка специальных методов измерения комплекса электрических и магнитных характеристик микропроводов.

Результаты исследований дают возможность получать микропровода с заранее прогнозируемыми свойствами и разрабатывать на их основе новые миниатюрные сенсоры для измерения слабых магнитных полей, механических напряжений, температуры и других физических величин.

На первоначальном этапе изучались аморфные ферромагнитные микропровода разного состава и с различным отношением диаметра металлической жилы к стеклянной оболочке, любезно предоставленные проф. Жуковым А.П. (Университет страны Басков, Испания) и Молокановым В.В. (ИМЕТ РАН). И здесь важным результатом стал успешный опыт экспериментального и теоретического анализа физических процессов в аморфных ферромагнитных микропроводах, изготовленных другими ведущими производителями, а также использование микропроводов в качестве магнитных меток и концентраторов магнитного потока.

1.1 Покрытые стеклянной оболочкой аморфные ферромагнитные микропровода: особенности свойств и технологии изготовления.

1.1.1 Объект исследования.

Покрытые стеклянной оболочкой аморфные ферромагнитные микропровода представляют интерес и с точки зрения теории магнетизма [1], поскольку служат важным примером квазиодномерных магнетиков и для широкого круга технических приложений [2-4]. В настоящее время технология изготовления таких микропроводов ($D = 1 - 40 \text{ } \mu\text{m}$) достаточно хорошо разработана [5] и позволяет получать образцы идеальной цилиндрической формы, с контролируемыми магнитными характеристиками.

Исследованиями аморфных ферромагнитных микропроводов занимается значительное количество научных групп в мире, в том числе в России. В НИТУ МИСИС исследования по данному направлению проводились в рамках Российских проектов, в частности Программы повышения конкурентоспособности НИТУ МИСИС «К2-2015-18», гранта Российского Научного Фонда № 20-19-00607, Программы «Приоритет 2030», проект СП1. Часть результатов, вошедших в данную работу, была оформлена в виде отчетных материалов по указанным проектам. Ссылки на данные научные отчеты соответствующим образом сделаны в тексте и представлены в списке цитируемой литературы.

Как было показано в отчете проекта «К2-2015-18» [6], магнитная анизотропия покрытых стеклянной оболочкой аморфных ферромагнитных микропроводов определяется в основном их внутренними закалочными напряжениями [7-8]. Поэтому малая положительная и отрицательная константа магнитострикции λ_s материала металлической жилы микропроводов радикально влияет на их магнитные свойства. Например, микропровода на основе кобальта с $\lambda_s < 0$ в основном состоянии намагничены циркулярно и проявляют эффект гигантского магнитоимпеданса (ГМИ-эффект) [9-25]. Этот эффект может быть использован для разработки миниатюрных высокочувствительных сенсоров магнитных полей [26-28].

Кобальтовый аморфный микропровод – это сложный и деликатный физический объект. Возникающие при изготовлении закалочные напряжения при отрицательной магнитострикции создают в микропроводе циркулярную магнитную анизотропию, благодаря чему в отсутствие внешнего поля микропровод намагничен циркулярно. Это определяет высокую чувствительность его магнитных характеристик к продольному внешнему магнитному полю и к воздействующим растягивающим и скручивающим механическим напряжениям. В недавних работах [29-30] также было показано, что в микропроводах может

присутствовать и небольшая геликоидальная магнитная анизотропия, которая может влиять на электродинамические свойства таких микропроводов.

1.1.2. Изготовление микропроводов методом Тейлора – Улитовского.

К высокоэффективным способам изготовления микропровода относятся методы, использующие эффект текучести расплава металлов и сплавов в термопластичной формообразующей оболочке путём протяжки струи расплавленного металла сквозь расплав солей или массу вязкого стекла, выполняющих роль кристаллизатора, эластичной литейной формы и источника изоляционного покрытия [31]. В разработку данного метода значительный вклад внесли исследования А. В. Улитовского [32].

Первая особенность получения литых остеклованных нитей состоит в том, что металл плавят во взвешенном состоянии в вакуумной камере [33]. Вторая особенность заключается в пластичности стекла в широком диапазоне температур (от 600 до 1200 °С), что дает возможность получать из трубок стекла тончайшие капиллярные нити.

Приведем краткое описание технологии получения микропроводов, представленное в отчете проекта «К2-2015-18» [6]. Принципиальная схема получения микропровода в стеклянной изоляции показана на рисунке 1.1. Плавильный индуктор 1 создает магнитное поле и обеспечивает устойчивое положение расплавляемой навески металла. В центре индуктора 1 устанавливается стеклянная трубка 2, затем в нижний конец трубки помещается навеска металла 3, которая под действием высокочастотного магнитного поля расплавляется и превращается в шаровидную каплю диаметром 8-10 мм. Жидкая капля металла удерживается во взвешенном состоянии магнитным полем индуктора. Часть стеклянной трубки, примыкающая к расплавленному металлу, размягчается, и из стекла формируется оболочка, обволакивающая каплю и предохраняющая ее от излишнего окисления кислородом воздуха. Из размягченного стекла трубки 2 вытягивается заполненный металлом капли

микрокапилляр 4, который наматывается на катушку приёмного устройства 5. Подаваемый из трубки 6 воздух охлаждает оболочку стекла вблизи капли, и вязкость стекла повышается. На пути от индуктора 1 к приёмной катушке 5 микрокапилляр проходит через струю охлаждающей жидкости (вода или масло) трубки водяного охлаждения 7, где он полностью затвердевает и формируется микропровод, состоящий из центральной металлической жилы и сплошной стеклянной оболочки 13. По мере расхода стекла механизм 11 медленно подает стеклянную трубку 2 в зону нагрева. Скорость подачи трубки регулируется с большой точностью.

Особенности процесса литья микропровода обуславливаются тем, какие металлы и сплавы для этого применяются. Параметры процесса определяются главным образом характером взаимодействия металла со стеклом и температурой плавления металла. Температура капли металла более чем на 200 °С выше температуры стекла трубки. Перепад температуры поддерживается воздушным охлаждением: струя воздуха направляется на «луковицу» стекла от подведенной трубки 6. Это дает возможность повысить вязкость и регулировать температуру стекла.

После выхода из зоны нагрева микрокапилляр с металлом проходит через струю воды, в которой он охлаждается от ~ 1000 °С до комнатной температуры менее чем за одну сотую долю секунды

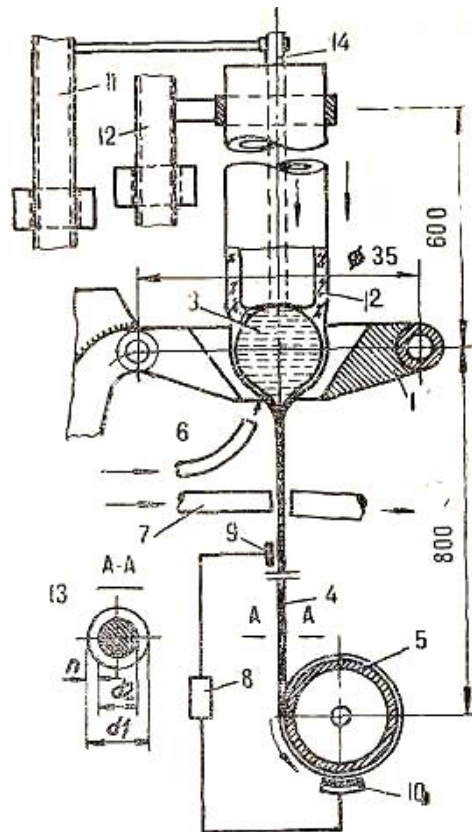


Рисунок 1.1. Схема получения микропровода в стеклянной изоляции: 1-плавильный индуктор; 2-стеклянная трубка; 3-металлическая капля (микрованна); 4-микрокапилляр с металлической жилой (микропровод); 5-катушка приемного механизма намотки; 6-трубка воздушного охлаждения; 7-трубка водяного охлаждения; 8-блок радиоконтроля металлической жилы; 9-антенна передатчика; 10-антенна приемника; 11-механизм подачи стержня; 12-механизм подачи стеклянной трубки; 13-поперечный разрез микропроволоки [6].

Благодаря такой большой скорости охлаждения (более 10^6 °C/сек) упрочняется поверхностный слой микропровода и создается полезный градиент напряжений. Внутренняя металлическая жила находится под напряжением растяжения, а внешняя стеклянная оболочка — под действием напряжения сжатия. Эта особенность производства микропровода в стеклянной изоляции способствует повышению его прочности и формированию особых магнитомягких свойств. Поскольку у стекла высокая чистота поверхности, оно формирует непрерывную металлическую жилу с гладкой поверхностью. При этом важно подчеркнуть, что высокая скорость охлаждения позволяет получать микропровода с металлической жилой, находящейся в аморфном состоянии.

Основными параметрами изготовленного микропровода являются его внешний и внутренний диаметры, которые регулируются температурой капли расплава, скоростью подачи стеклянной трубки, скоростью вращения приемной катушки.

Магнитные характеристики микропроводов определяются преобладающим элементом в составе металлической жилы. Микропровода с преобладанием железа характеризуются положительной магнитострикцией. Их петля гистерезиса имеет близкую к прямоугольной форму с двумя стабильными состояниями, а переход между ними реализуется посредством гигантского скачка Баркгаузена [34-35]. В отличие от них, микропровода с преобладанием кобальта имеют слабую отрицательную магнитострикцию и демонстрируют практически линейную, безгистерезисную кривую намагничивания [36-37].

1.2 Магнитные свойства микропроводов на основе железа

Аморфные ферромагнитные микропровода на основе Fe с положительной константой магнитострикции, имеющие типичный диаметр магнитной жилы $d = 5 - 20 \text{ }\mu\text{m}$ и полный диаметр $D = 10 - 30 \text{ }\mu\text{m}$ характеризуются бистабильной (прямоугольной) петлей гистерезиса. Пример такой петли гистерезиса приведен на рисунке. 1.2. Явление магнитной бистабильности перспективно для технических приложений и интерпретировалось как перемагничивание в одном большом домене. При этом есть определенная длина отрезка микропровода, ниже которой эффект бистабильности не наблюдается.

1.2.1 Перемагничивание микропроводов гигантским скачком

Баркгаузена

В железных микропроводах процесс перемагничивания начинается вблизи одного из концов микропровода. Под действием приложенного магнитного поля на концах микропровода формируются обратные магнитные домены. При некотором критическом значении магнитного поля один из обратных доменов отрывается и распространяется по всей длине микропровода. Движение доменной стенки может регистрироваться с помощью высокочувствительных миниатюрных приемных катушек, навитых на микропровод (метод Сикстуса-Тонкса) [38]. Данный метод позволяет определять размеры и скорость движения доменной стенки.

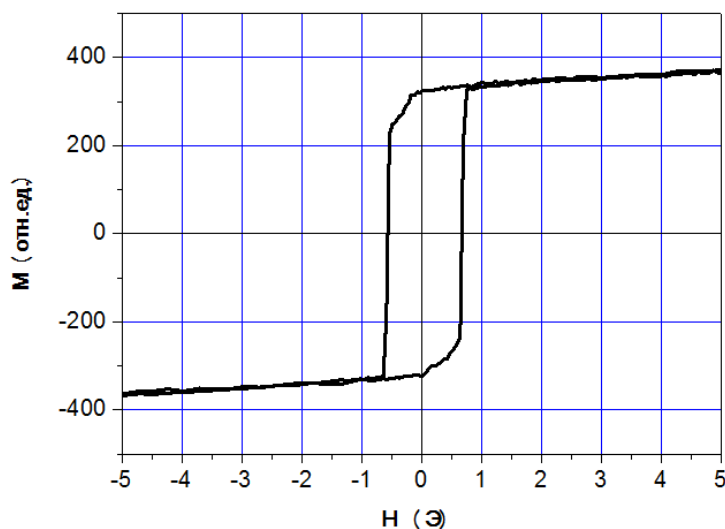


Рисунок 1.2. Бистабильная петля гистерезиса микропровода состава $\text{Fe}_{74}\text{B}_{13}\text{Si}_{11}\text{C}_2$ с положительной константой магнитострикции.

В работе [39] были проведены исследования перемагничивания микропроводов на основе железа с составом $\text{Fe}_{74}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{C}_2$, с различными диаметрами металлической жилы и стеклянной оболочки. На рисунке 1.3.а приведена схема измерительного модуля, содержащего ускоряющий соленоид 1, зарождающую катушку 2 и приемные катушки 3, расположенные на фиксированном расстоянии 21 мм друг от друга. Исследуемый микропровод 4

проходил через все катушки измерительного модуля. На рисунке 1.3.б. приведены сигналы ЭДС в приемных катушках при распространении по микропроводу доменной стенки для одного из исследованных микропроводов, а на рисунке 1.3.в. представлен сигнал ЭДС во второй приемной катушке и его модельная аппроксимация.

Используя методику анализа сигналов ЭДС, наводимых в приемных катушках от распространяющейся доменной стенки, разработанную в [40, 41], были получены оценки продольной компоненты намагниченности микропровода, а также поле зарождения доменной стенки, ее характерный размер и скорость распространения. Например, для микропровода с диаметром металлической жилы $d = 12.0$ мкм и отношением $d/D = 0.71$, была найдена средняя продольная намагниченность $\langle M_z \rangle \approx 1180$ ед/см³. Вариационные оценки характерной ширины доменной стенки показали, что она уменьшается от $\delta = 65d$ (~ 0.8 мм) до $\delta = 40d$ (~ 0.5 мм) с увеличением приложенного продольного магнитного поля H_0 от 0.74 Э до 3.86 Э. При этом скорость доменной стенки в этих же полях линейно возрастает от $V = 120$ м/с ($H_0 = 0.74$ Э), до $V = 1550$ м/с ($H_0 = 3.86$ Э).

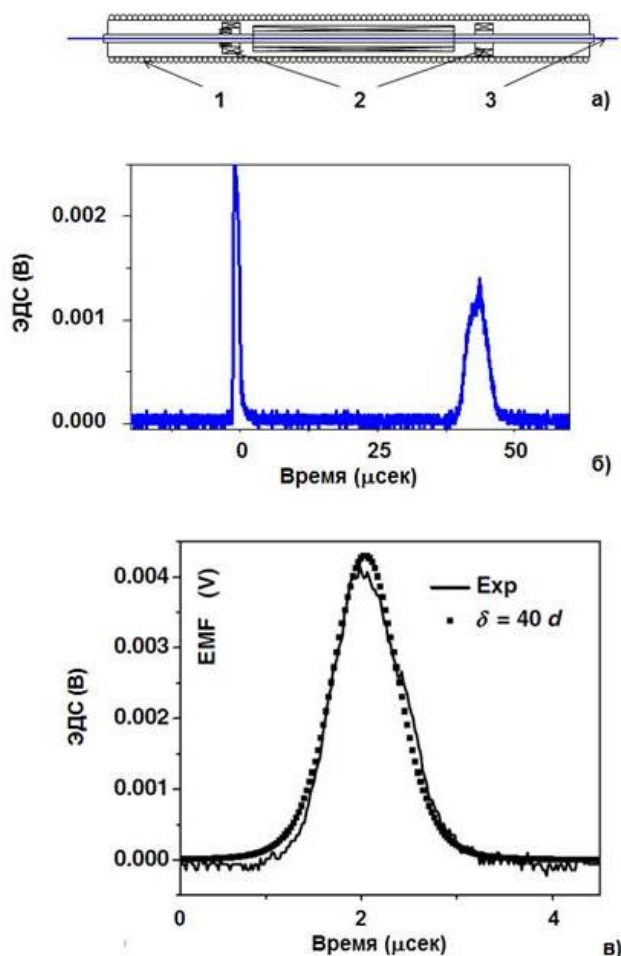


Рисунок 1.3. Перемагничивание микропроводов с металлической жилой состава $\text{Fe}_{74}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{C}_2$, диаметром 12 мкм и отношением диаметров $d/D = 0.71$: а) схема измерительного модуля, в котором: 1 – ускоряющий соленоид, 2 – зарождающая катушка, 3 – приемные катушки, расположенные на фиксированном расстоянии 21 мм друг от друга, 4 – исследуемый микропровод; б) сигналы ЭДС в приемных катушках при распространении по микропроводу ($d = 16.2\text{ мкм}$, $d/D = 0.68$) доменной стенки в продольном магнитном поле ($H_0 = 1.55\text{ Э}$); в) сигнал ЭДС второй приемной катушки (микропровод $d = 12.0\text{ мкм}$, $d/D = 0.71$, магнитное поле $H_0 = 3.86\text{ Э}$ и его модельная аппроксимация [39].

Таким образом, исследования движущейся доменной стенки [39] показали, что в железных микропроводах с диаметром магнитной жилы $d \leq 20\text{ мкм}$ и полным диаметром $D \leq 30\text{ мкм}$ продольная компонента намагниченности близка к намагниченности насыщения микропровода. Это означает, что такие микропровода в средней части намагничены почти однородно вдоль оси.

Для набора исследованных микропроводов состава $\text{Fe}_{74}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{C}_2$, с различными диаметрами металлической жилы и стеклянной оболочки, продольная компонента намагниченности оказалась близкой к намагниченности насыщения. Это означает, что в средней части микропровода в основном намагничены однородно вдоль оси, а существование внешней поперечно намагниченной магнитной оболочки [39], маловероятно. Найденные характерные размеры доменных стенок составили $\delta \sim (40 - 75)d$ в зависимости от величины приложенного магнитного поля, т.е. критическая длина микропровода, ниже которой эффект бистабильности не проявляется, составляет $2\delta \leq 3$ мм.

1.2.2 Применение микропроводов в качестве магнитных меток.

Приведенные выше результаты показывают, что в процессе перемагничивания микропровода на основе железа, движущаяся доменная стенка излучает короткий по времени импульс, который регистрируется небольшой приемной катушкой, навитой на микропровод. Такой импульс можно обнаружить и на некотором расстоянии от микропровода. Данный подход используется в системах электромагнитного обнаружения, в которых бистабильные микропровода используются в качестве магнитных меток.

Исследование динамики переключений намагниченности железных микропроводов под действием внешнего магнитного поля и возможности регистрации электромагнитных сигналов переключения намагниченности микропровода на расстоянии было выполнено в работе [42]. На рисунке 1.4. приведена схема расположения приемной квадратной катушки и магнитной метки с возбуждающим соленоидом в процессе регистрации сигнала перемагничивания.

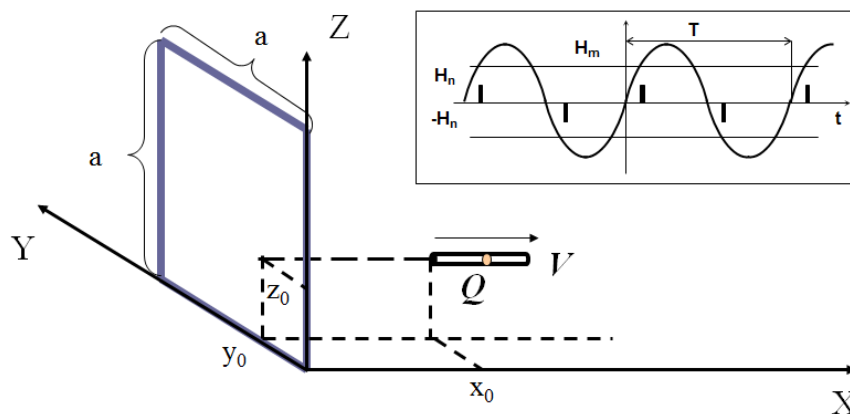


Рисунок 1.4. Схема взаимного расположения квадратной приемной катушки и микропровода в процессе регистрации сигнала перемангничивания. На вставке схематично представлены сигналы возбуждения микропровода (синусоидальное магнитное поле) и сигнал регистрируемый приемной катушкой (короткие импульсы).

В ходе тестирования использовались отрезки микропроводов #1 ($d=17.3$ мкм), #2 ($d=12.3$ мкм) и #3 ($d=10.0$ мкм) длиной 30 мм, которые вклеивались в тонкий пластиковый держатель и при измерениях вставлялись в возбуждающий соленоид.

В рабочем режиме схема возбуждения создавала внутри соленоида переменное магнитное поле максимальной амплитудой ~ 8 Э, частотой 332 Гц. В отсутствии микропровода в спектре выходного сигнала наблюдались сигнал частоты возбуждения, его вторая и третья гармоники, а также гармоники сетевой частоты 50 Гц (рисунок 1.5, красный спектр). Уровень шумового напряжения на частотах выше 1 кГц составлял ~ 10 мкВ/Гц^{1/2}, что соответствовало уровню эквивалентного шумового магнитного поля 0.02×10^{-6} Гс/Гц^{1/2}. При размещении микропровода внутри возбуждающего соленоида его сигнал наблюдался на осциллографе в виде периодических положительных и отрицательных коротких импульсов, а в спектре появлялся набор нечетных гармоник в полосе частот от 1 кГц до частот выше 10 кГц (рисунок 1.5, черный спектр). В ходе экспериментов по изучению сигналов перемангничивания микропроводов проводились измерения амплитуды пятой гармоники частоты возбуждающего сигнала, 1660 Гц, при времени усреднения 2 сек. Во всех представленных ниже

результатах возбуждающий соленоид с микропроводом располагался перпендикулярно плоскости приемной катушки на ее осевой линии.

На рисунке 1.6. представлены экспериментальные зависимости амплитуды 5-ой гармоники в зависимости от расстояния X . для всех указанных образцов микропроводов. Для тех же образцов микропроводов были получены расчетные значения амплитуды сигналов 5-ой гармоники в зависимости от расстояния X . Расчеты хорошо согласовывались с экспериментальными данными и также показаны на рисунке 1.6. Прямая серая линия указывает уровень шумов измерителя на частоте 1660 Гц. Из представленных данных следует, что сигнал 5-ой гармоники с отношением сигнал/шум более 2 может наблюдаться на расстояниях выше 18 см.

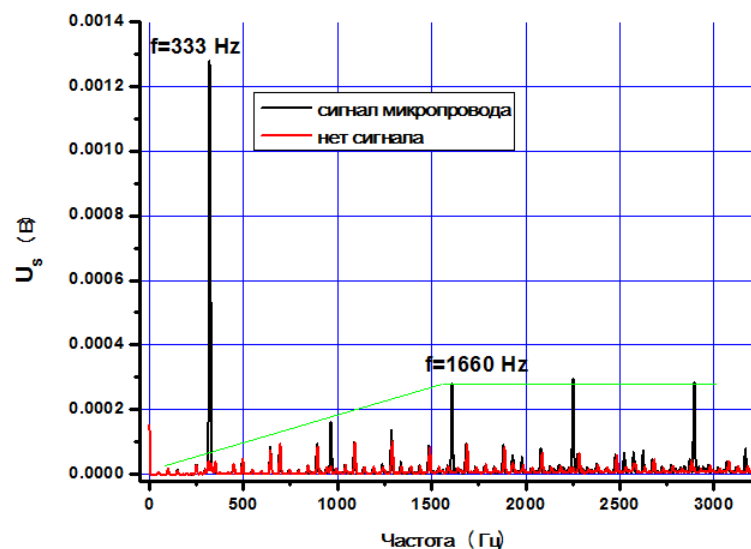


Рисунок 1.5. Спектр сигнала возбуждающего соленоида (частота 333 Гц) и сигнал от перемещения микропровода (черный спектр) и спектр сигналов электромагнитных помех (красный спектр) [42].

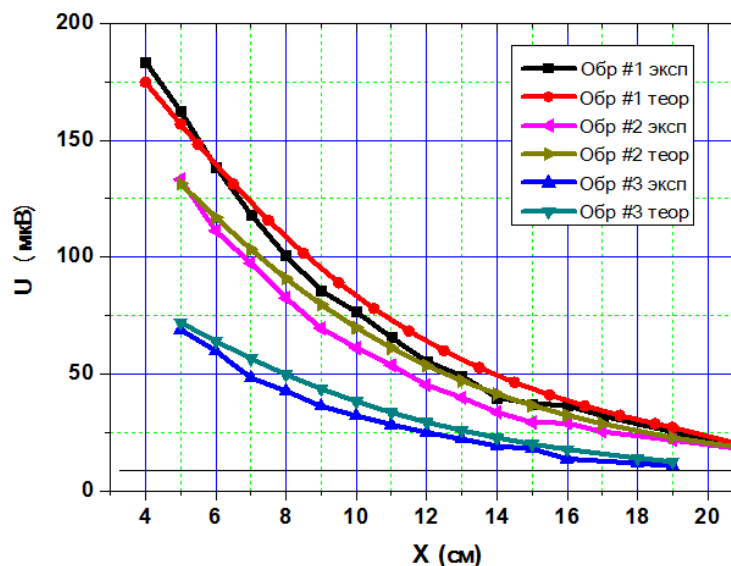


Рисунок 1.6. Экспериментальные зависимости амплитуды 5-ой гармоники регистрируемого сигнала в зависимости от расстояния X между квадратной приемной катушкой и микропроводом для всех образцов. Уровень шума соответствует серой прямой линии.

Таким образом, полученные результаты показывают возможность регистрации электромагнитных сигналов переключения намагниченности отрезков микропроводов в стеклянной оболочке на основе железа на расстояниях до 20 см с отношением сигнал/шум более 2.

1.3 Магнитные свойства микропроводов на основе кобальта

На первом этапе работы исследовались аморфные ферромагнитные микропровода, любезно предоставленные профессором Жуковым А.П. (Университет страны Басков, Испания). Затем изучались микропровода предоставленные Молокановым В.В. (ИМЕТ РАН), которые отличались составом и относились к семейству «толстых» микропроводов с диаметрами металлической жилы 50 мкм и более. После отладки технологии и получения опытных серий микропроводов в НИТУ МИСИС, исследования проводились уже на образцах собственного производства. (Глава 3).

1.3.1 Свойства микропроводов (Испания)

На начальном этапе изучались общие свойства микропроводов на основе Co. В работах [43] с помощью индукционного метода измерения петель гистерезиса были исследованы микропровода с характеристиками, представленными в Таблице 3.1. По своим магнитным свойствам эти микропровода можно разделить на три различные группы [37]. Микропровода №№1-3 относятся к первой группе и характеризуются петлями гистерезиса с очень малой остаточной намагниченностью и почти линейной зависимостью намагниченности от приложенного магнитного поля (рисунок 1.7.а). У микропроводов второй группы №№4-6 на петлях гистерезиса наблюдается конечная остаточная намагниченность (см. рисунок 1.7.б). Наконец, микропровод №7 относится к третьей группе (рисунок 1.7.в) и демонстрирует бистабильное поведение, при котором петля гистерезиса имеет прямоугольную форму.

Таблица 3.1. Состав и радиусы микропроводов.

N	Состав микропровода	Радиус жилы, R_m (μm)	Радиус оболочки, R_{tot} (μm)
1	$Co_{65}Fe_4Ni_2B_{13.5}Si_{14}Mo_1C_{0.5}$	3.6	6.9
2	$Co_{65}Fe_4Ni_2B_{13.5}Si_{14}Mo_1C_{0.5}$	5.9	7.9
3	$Co_{65}Fe_4Ni_2B_{13.5}Si_{14}Mo_1C_{0.5}$	5.4	8.7
4	$Co_{65}Fe_4Ni_{1.5}B_{11}Si_{14}Mo_1C_{3.5}$	6.6	7.9
5	$Co_{68}Fe_4Ni_{1.5}B_{13.5}Si_{10.5}Mo_{1.5}C_1$	6.4	7.7
6	$Co_{68}Fe_{4.5}Ni_{1.5}B_{12.5}Si_{11}Mo_1C_{1.5}$	6.1	7.8
7	$Co_{68.5}Mn_{6.5}B_{15}Si_{10}$	7.6	8.8

Гистерезисные свойства рассматриваемых аморфных микропроводов были качественно объяснены на основе расчета остаточных закалочных напряжений, возникающих в микропроводах в процессе быстрого охлаждения [8]. Эти расчеты показывают, что для микропроводов с диаметром металлического кора $d_m = 5 - 15$

мкм и общим диаметром $D = 10 - 30$ мкм радиальная зависимость компонент тензора остаточных напряжений невелика. Радиальная компонента тензора напряжений σ_{rr} близка к циркулярной компоненте $\sigma_{rr} \approx \sigma_{\phi\phi}$ вследствие условия механического равновесия. Однако продольная компонента тензора напряжений значительно больше, чем циркулярная компонента $\sigma_{zz} \gg \sigma_{\phi\phi}$ из-за разницы в коэффициентах линейного расширения и объемном модуле металлического сердечника и стеклянной оболочки микропровода, соответственно. В результате плотность магнитоупругой энергии микропровода, в стеклянной оболочке [8], является одноосной. Это означает, что для микропроводов с отрицательной константой магнитострикции, $\lambda_s < 0$, ось легкой анизотропии везде имеет циркулярное направление, тогда как для микропроводов с положительной константой магнитострикции, $\lambda_s > 0$, она параллельна оси провода. Таким образом, теория [8] естественным образом объясняет магнитостатические свойства первой и третьей групп кобальтовых микропроводов, имеющих малые, но определенно отрицательные или определенно положительные значения константы магнитострикции, соответственно. Но она не может объяснить существование кобальтовых микропроводов второй группы, имеющих петли гистерезиса с конечной остаточной намагниченностью. Недавно было высказано предположение [43], что для этих микропроводов коэффициент магнитострикции может зависеть от радиального направления, поскольку он чувствителен к локальному химическому составу микропровода. Для этих микропроводов с почти нулевой магнитострикцией он может менять знак в зависимости от радиальной координаты в некоторой внутренней точке $r = r_c$ вдоль радиуса микропровода. В этом случае микропровода второй группы будут иметь продольно намагниченный внутренний кор радиусом r_c и циркулярно намагниченную внешнюю оболочку.

В работе [37] было показано, что полный набор магнитных параметров для Со микропроводов первого типа, включающий намагниченность насыщения M_s , константу магнитострикции λ_s и величину остаточных закалочных напряжений

$\Delta\sigma$ может быть определен индукционным методом с использованием зависимости формы сигнала ЭДС, от приложенных к микропроводу растягивающих напряжений.

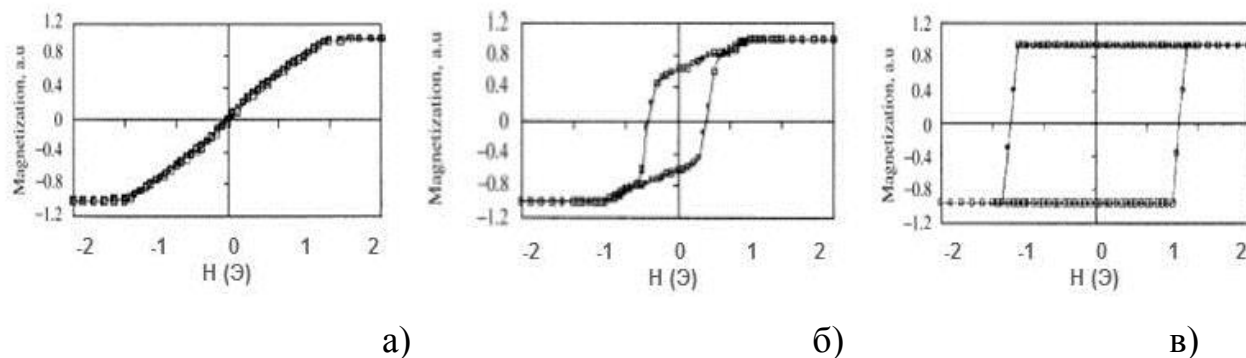


Рисунок 1.7. Характерные петли гистерезиса микропроводов на основе Со:
а) микропровода первой группы; б) микропровода второй группы; в) микропровода третьей группы

1.3.2 Свойства микропроводов ИМЕТ РАН (Россия)

Следующая серия образцов микропроводов была изготовлена в ИМЕТ РАН. Состав и геометрические характеристики приведены в Таблице 3.2. Пластичные свойства микропроводов с удаленной стеклянной оболочкой оценивались по их способности к формированию полного узла без разрушения. Аморфное состояние микропроводов контролировалось методами термического и рентгеноструктурного анализов [44]. Основное внимание в этих исследованиях было уделено влиянию механических нагрузок на магнитные свойства микропроводов.

Таблица 3.2. Состав и геометрические характеристики микропроводов ИМЕТ РАН.

№	Состав микропровода	Радиус жилы, R_m (μm)	Радиус оболочки, R_{tot} (μm)
1	$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	27.5	40.0

На рисунке 1.8. приведены результаты измерений приращения ΔL длины отрезка микропровода в стеклянной оболочке с начальной длиной $L \sim 13.1$ см в зависимости от приложенного механического напряжения. Как видно из Рис. 1, при максимальной нагрузке в 300 МПа удлинение провода составило $\Delta L = 200$ мкм. Из этих измерений можно оценить величину среднего модуля Юнга микропровода, как $E = 196.5$ ГПа.

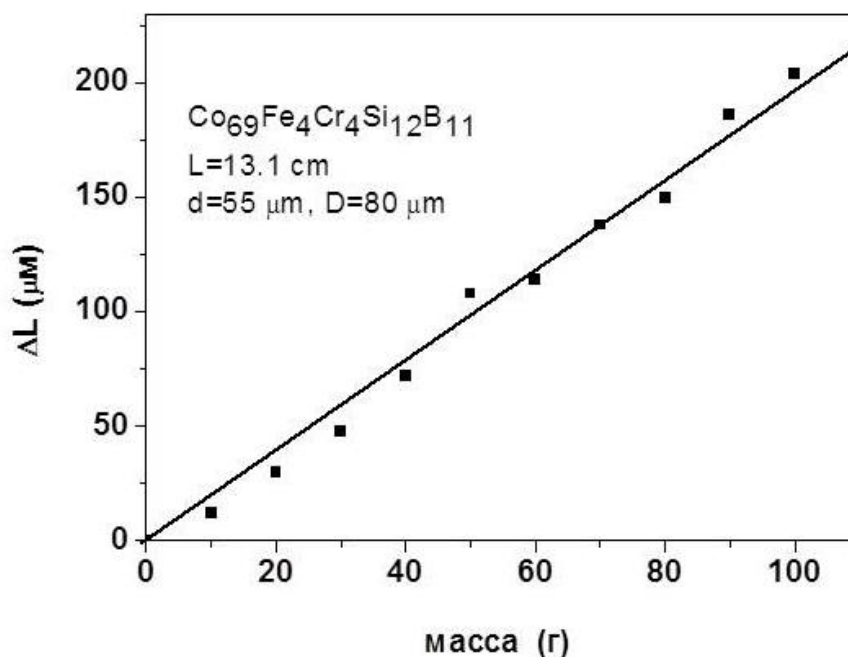


Рисунок 1.8. Приращение ΔL длины микропровода с начальной длиной $L \sim 13.1$ см в зависимости от приложенных механических напряжений.

При измерениях микропровода с помощью индукционного метода под воздействием растягивающих нагрузок были оценены характер петель гистерезиса и коэрцитивная сила микропровода. На Рисунках 1.9.а, б приведены индукционные сигналы, измеренные при разных растягивающих напряжениях, и соответствующие им динамические петли гистерезиса. Как видно из рисунка 1.9.а, индукционные сигналы перемагничивания имеют характерные пики, наличие которых свидетельствует о циркулярной магнитной структуре микропровода с центральным продольно намагниченным кором [44], либо о наличии геликоидальной анизотропии микропровода. С увеличением

механической нагрузки амплитуда этих пиков уменьшается. Динамические петли АФМ характеризуются наличием остаточной намагниченности и коэрцитивной силы $H_c = 0.5$ Ое. Увеличение механического напряжения приводит к увеличению угла наклона петли и к практически линейному увеличению величины эффективного поля анизотропии H_a . Тем не менее, как следует из рисунка 1.9.b, индукционный метод не позволяет достаточно точно контролировать величину эффективного поля анизотропии провода в зависимости от приложенного механического напряжения.

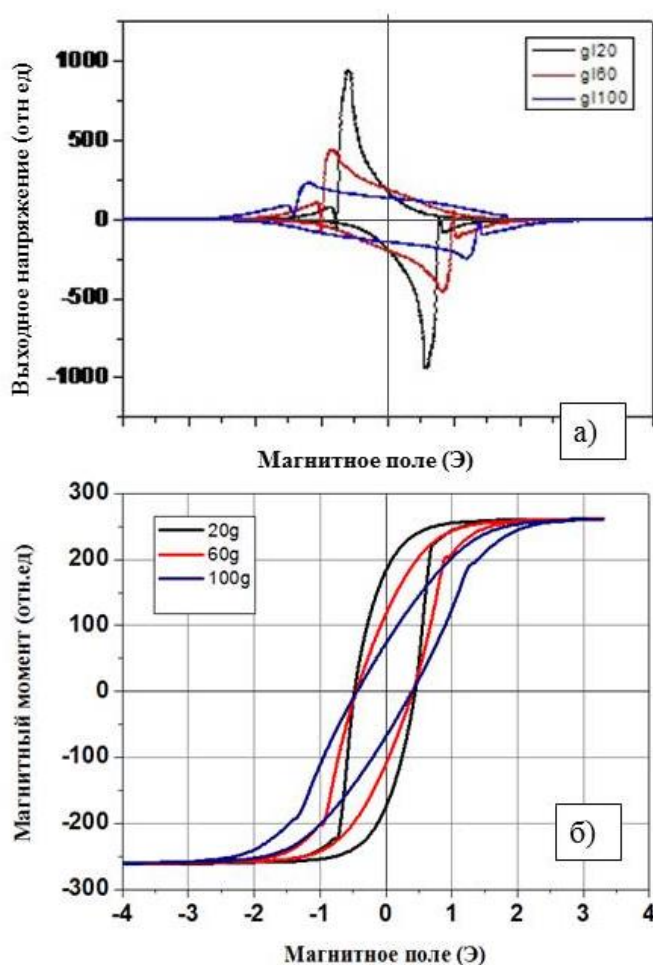


Рисунок 1.9. Результаты измерений образца микропровода с помощью индукционного метода под воздействием растягивающих нагрузок, создаваемых массами $m = 20$ г, 60 г and 100 г: (a) Индукционные сигналы перемагничивания микропровода; (b) динамические петли гистерезиса микропровода.

Исследования микропроводов методом МВВН [45] проводились на частоте возбуждающего переменного тока $f = 5$ кГц. Измерялся возникающий в приемной катушке сигнал ЭДС на частоте $2f$ в зависимости от внешнего магнитного поля при различных растягивающих напряжениях. На рисунке 1.10 приведены кривые МВВН (точки), измеренные при разных механических напряжениях и при значениях магнитного поля, больших эффективного поля анизотропии провода. Рассчитанные значения ЭДС второй гармоники, показаны сплошными линиями. По этим данным было определено затравочное поле анизотропии провода, $H_a = 0.25$ Ое, и средняя величина остаточных закалочных напряжений, $\Delta\sigma = 137$ МПа. Используя полученное из измерений с помощью вибрационного магнитометра оценку величины намагниченности насыщения, $M_s = 590$ ед/см³, для константы магнитострикции провода было получено значение $\lambda_s = -0.49 \cdot 10^{-7}$.

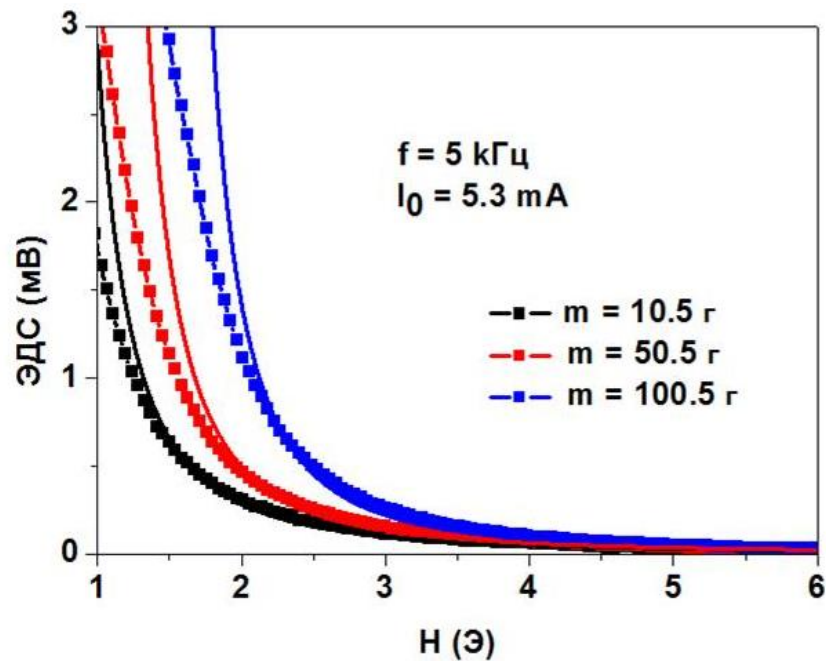


Рисунок 1.10. Сравнение экспериментальных (точки) и теоретических (сплошные линии) значений амплитуды второй гармоники ЭДС, полученных методом малоуглового вращения вектора намагниченности при различных растягивающих напряжениях.

При исследовании ГМИ-характеристик микропровода регистрировались сигналы, пропорциональные циркулярной диагональной компоненте тензора магнитного импеданса $Z_{\varphi\varphi}$, аналогично [46], при приложении различных

растягивающих напряжений. Измерения проводились на частоте переменного тока $f = 4$ МГц.

На рисунке 1.11 показана зависимость $Z_{\varphi\varphi}$ компоненты тензора магнитного импеданса микропровода от приложенного магнитного поля при различных механических нагрузках. Видно, что с увеличением механической нагрузки амплитуда сигнала падает, а значения эффективного поля анизотропии увеличиваются. Следует отметить, что зависимости $Z_{\varphi\varphi}(H)$, полученные в нарастающем и падающем магнитном поле имели небольшой гистерезис (не показано на рисунке), составляющий примерно 0.5 Э.

Измерение $Z_{\varphi\varphi}$ ГМИ-компоненты удобно использовать для проверки однородности свойств микропровода вдоль его длины, измеряя $Z_{\varphi\varphi}$ компоненту в разных точках по длине провода. На рисунке 1.12 измерения $Z_{\varphi\varphi}$ компоненты выполнены в различных точках отрезка микропровода длиной 15 см в отсутствие приложенного механического напряжения. Видно, что амплитуда $Z_{\varphi\varphi}$ компоненты и величина эффективного поля анизотропии существенно изменяются в разных точках отрезка провода. В то же время, изменения $Z_{\varphi\varphi}$ компоненты под действием определенных приложенных механических напряжений, измеренные в точке с координатой 3 см (кривые на рисунке 1.11), практически полностью совпадали с ненагруженным проводом в точках с координатами 6, 9 и 12 см. Исходя из этого, можно заключить, что в изученном отрезке провода на основе кобальта амплитуда остаточных закалочных напряжений несколько меняется вдоль его длины.

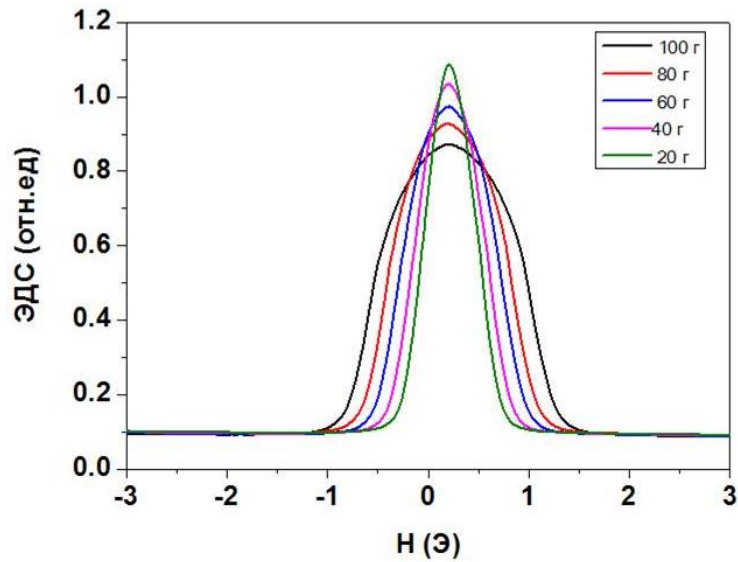


Рисунок 1.11. Зависимости $Z_{\phi\phi}(H)$ микропровода в зависимости от нагрузки.

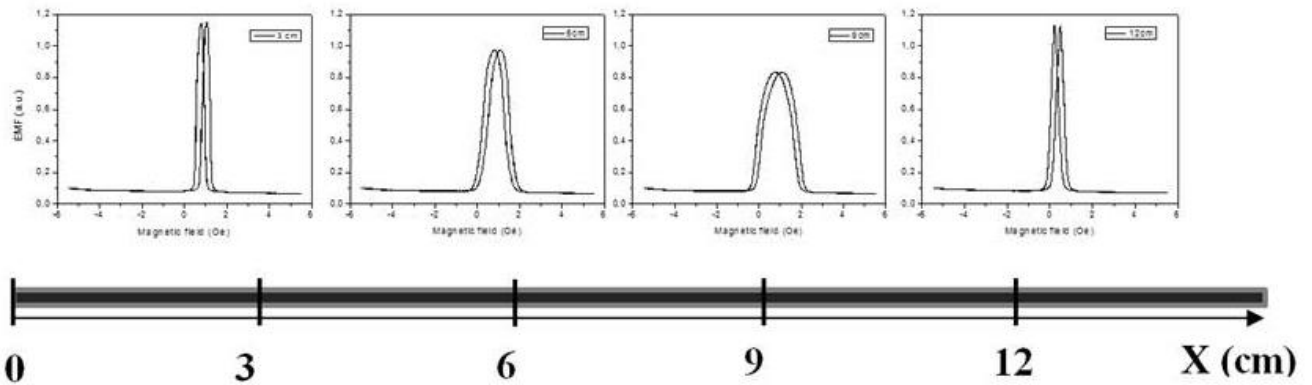


Рисунок 1.12. Зависимости $Z_{\phi\phi}(H)$ в разных точках (3 см, 6 см, 9 см и 12 см) вдоль длины микропровода, в отсутствие приложенного механического напряжения.

Таким образом, исследованные микропровода в силу малого отрицательного значения константы магнитострикции ($\lambda_s \approx -0.5 \cdot 10^{-7}$) характеризуются хорошими магнитомягкими свойствами и циркулярной намагниченностью. В тоже же время, в микропроводе существует магнитный гистерезис (коэрцитивная сила, $H_c = 0.5$ Oe) и связанная с ним остаточная намагниченность. Наблюдаемые вариации диагональной циркулярной компоненты $Z_{\phi\phi}$ вдоль длины микропровода связаны, по-видимому, с неоднородностью в распределении остаточных закалочных напряжений.

1.4 Применение микропроводов в качестве концентраторов магнитного потока

В 90-х годах прошлого столетия появились новые технические средства и способы измерения слабых магнитных полей рассеяния вблизи поверхности физических объектов, получившие название «сканирующая магнитометрия высокого разрешения» [47]. К ним относятся, например, сканирующие магнитометры на основе СКВИДов (от англ. SQUID – Superconducting Quantum Interference Device), позволяющие получать изображения распределения магнитного поля над поверхностью исследуемого объекта с пространственным разрешением от долей микрометров до единиц миллиметров. Диапазон регистрируемых магнитных полей может варьироваться от долей мили-Тесла до долей нано-Тесла. Сканирующие СКВИД-магнитометры использовались для исследований ансамблей магнитных наночастиц, магнитных ультратонких пленок, биомагнитных объектов и др. [48]. В работах [49-50] были проведены исследования распределений магнитных полей аморфных ферромагнитных микропроводов при температуре кипения жидкого азота. Конструктивные особенности сканирующих СКВИД-магнитометров связаны с необходимостью охлаждения СКВИДа до криогенных температур. Поэтому, для расширения возможностей метода было предложено использовать СКВИД-датчик в сочетании с магнитопроводом в виде тонкой иглы из магнитомягкого материала [51-53]. Результаты исследований магнитных полей рассеяния вблизи микропроводов на основе Co и Fe и особенности работы высокотемпературного СКВИДа совместно с магнитопроводом из аморфного ферромагнетика приведены в данном разделе.

1.4.1 Исследование магнитных полей рассеяния микропроводов с помощью сканирующего СКВИД-магнитометра

Экспериментальное исследование доменных структур в микропроводах диаметром от 5 до 50 мкм является довольно сложной технической задачей. Недавно магнитооптический эффект Керра был успешно использован для визуализации доменных структур, существующих на поверхности микропроводов [54-55]. Однако, используя эффект Керра, можно получить информацию только о распределении намагниченности, внутри тонкого поверхностного слоя провода, толщиной порядка глубины проникновения света. В тоже время, доменные стенки занимают весь диаметр микропровода и их внутренние магнитные заряды могут создавать магнитные поля рассеяния значительной величины. Поэтому положение доменных стенок можно определить по распределению магнитных полей рассеяния над отрезком микропровода.

Такие исследования впервые были проведены с помощью сканирующего СКВИД-магнитометра, при температуре кипения жидкого азота, 77 К. На рисунке 1.13. схематически показано взаимное расположение малоразмерного высокотемпературного СКВИДа (эффективная площадь 3000 мкм²) при измерениях распределений магнитных полей вблизи микропроводов разных составов [50]. В ходе измерений происходит регистрация величины нормальной компоненты магнитного поля B_z в зависимости от координаты точки над образцом, когда образец перемещается относительно СКВИДа на расстоянии $h = 100$ мкм. Сканирование происходит вдоль оси X с шагом 50 мкм. После записи скана X_i образец перемещается вдоль оси Y на заданный шаг 50 мкм) и происходит запись следующего скана X_{i+1} .

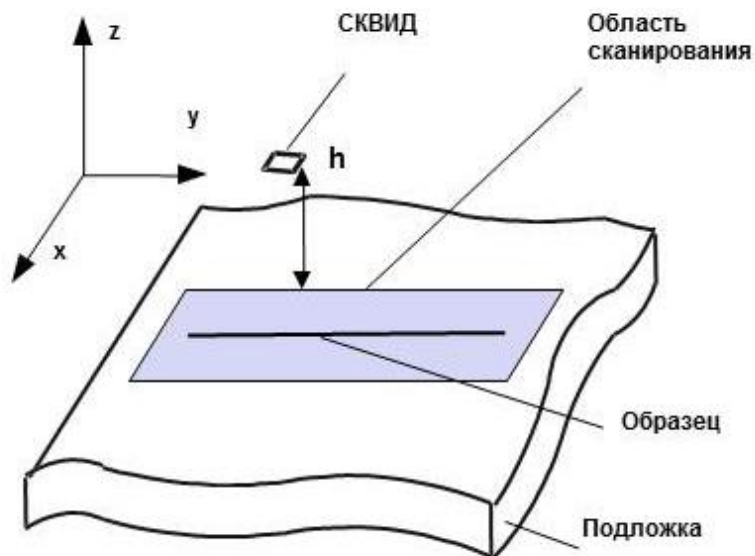


Рисунок 1.13. Схематическое изображение измерения магнитных полей рассеяния над микропроводом с помощью сканирующего СКВИД-магнитометра [50].

Первоначально были измерены отрезки микропроводов состава Co-Fe-Cr-Si-V диаметром 50 мкм и длиной ~ 3 мм, [49]. На рисунке 1.14.а. приведено типичное магнитное изображение нормальной компоненты магнитного поля рассеяния над образцом, измеренное на расстоянии ~ 100 мкм, в котором наблюдаются положительные и отрицательные магнитные особенности амплитудой $\pm 0,2$ мкТл. При приложении внешнего однородного магнитного поля амплитудой 0,8 А/м, параллельно оси микропровода (вдоль оси X), его магнитное изображение существенно изменялось, рисунок 1.14.б. При намагничивании микропровода, вблизи его концов появились два экстремума с максимальными значениями $\pm 2,5$ мкТл, т.е амплитуда пиковых сигналов возросла на порядок. После снятия внешнего магнитного поля, магнитное изображение возвращалось к виду, показанному на рисунке 1.14.а.

Таким образом, полученные магнитные изображения позволили получить косвенную информацию о распределении намагниченности микропровода в исходном состоянии в нулевых магнитных полях и отклике намагниченности микропровода на слабое приложенное магнитное поле. Исходное распределение, рисунок 1.14.а., соответствует некоторой остаточной магнитной структуре,

вероятно, связанной с микродефектами, существующими в микропроводе, поскольку характеристические значения полей рассеяния весьма малы. Распределение на рисунке 1.14.б. указывает на наличие больших магнитных полюсов противоположных знаков вблизи концов микропровода и соответствует состоянию намагниченности с наименьшей энергией без дополнительных доменных стенок внутри микропровода [50].

Другой тип аморфных ферромагнитных микропроводов, изготовленных методом Улитовского –Тейлора, с составом металлической жилы $\text{Co}_{74}\text{B}_{13}\text{Si}_{11}\text{C}_2$, диаметром 20,2 мкм и диаметром стеклянной оболочки, $D = 24$ мкм, был исследован в работе [50]. На рисунке 1.15.а-в. приведены характерные магнитные изображение полей рассеяния образца микропровода длиной 4 мм, также полученные с помощью сканирующего СКВИД-магнитометра при температуре 77 К.

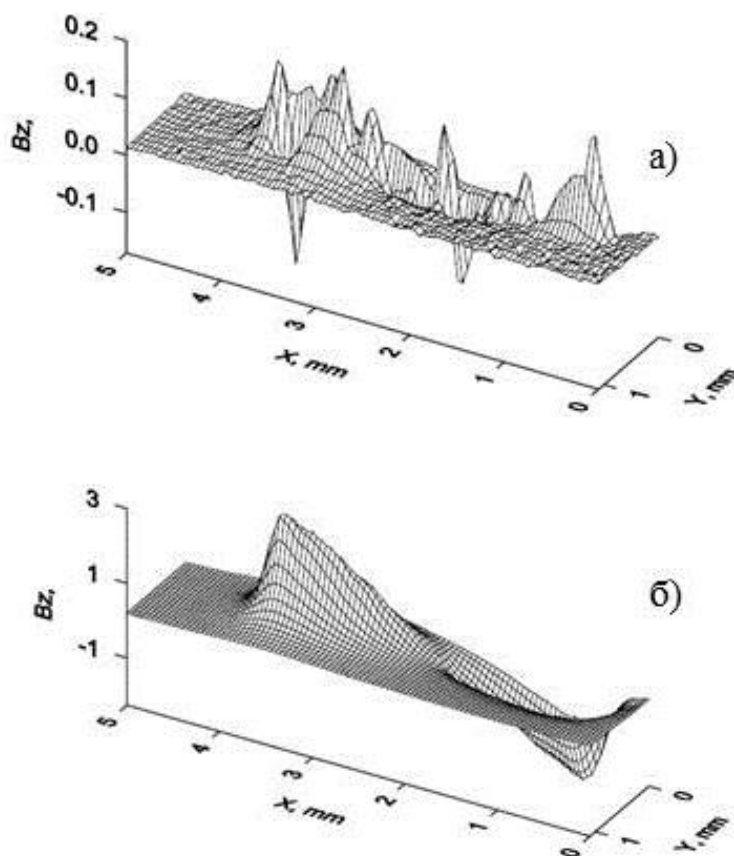


Рисунок 1.14. Магнитные изображения образца микропровода диаметром 50 мкм и длиной 3 мм, измеренные на расстоянии ~ 100 мкм: а) в отсутствии внешнего магнитного поля; б) во внешнем слабом магнитном поле 0.8 А/м, направленном вдоль оси X.

На рисунке 1.15.а. приведено типичное магнитное изображение полей рассеяния образца, размагниченного микропровода, измеренное на расстоянии 100 мкм от микропровода. Для размагничивания микропровода к нему прикладывалось знакопеременное магнитное поле с постепенно уменьшающейся амплитудой. Как следует из рисунка 1.15.а, поля рассеяния неоднородны по длине микропровода. Их конфигурация соответствует многодоменной структуре.

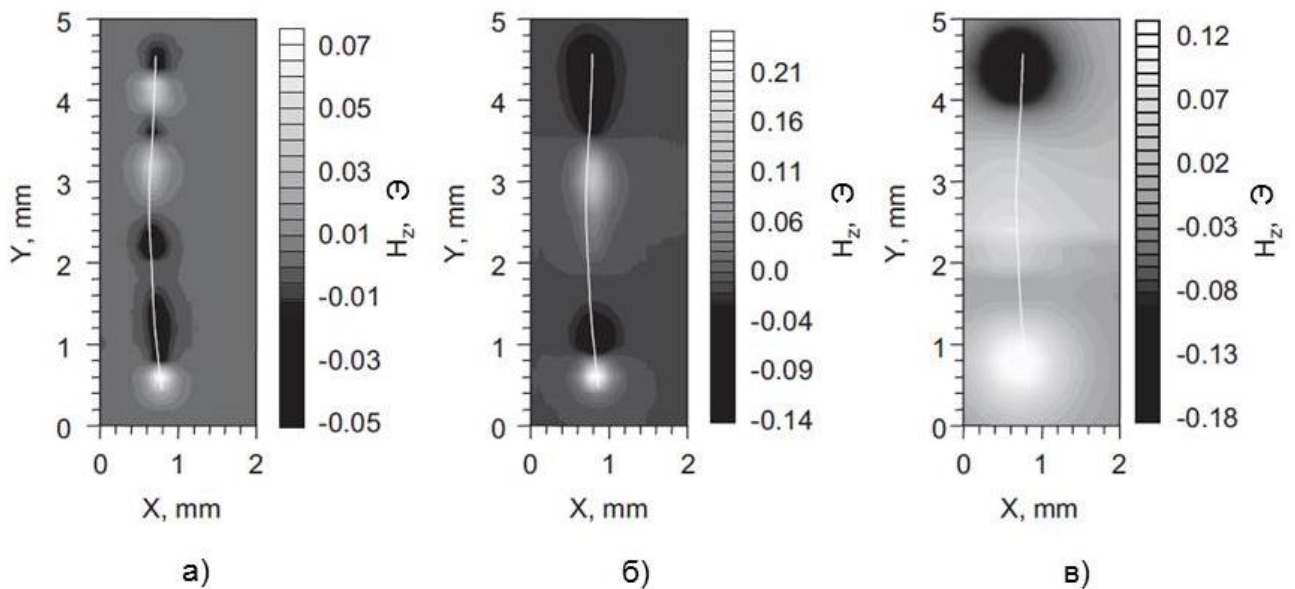


Рисунок 1.15. Магнитные изображения микропровода длиной 4 мм: а) размагниченное состояние, высота сканирования 100 мкм; б) остаточная намагниченность после снятия приложенного магнитного поля, высота сканирования 100 мкм; в) в поле насыщения, высота сканирования 700 мкм.

На рисунке 1.15.б. приведено магнитное изображение микропровода на той же высоте, полученное после приложения и снятия параллельного магнитного поля 1000 А/м направленного противоположно оси Y (состояние остаточной намагниченности микропровода). В данном состоянии характерное магнитное изображение микропровода содержало две пары положительных и отрицательных

пиков, расположенных вблизи его концов. Если поле намагничивания прикладывалось в противоположном направлении общий вид картины сохранялся, но положительные и отрицательные пики менялись местами. Аналогичная магнитная структура микропровода сохранялась при приложении небольших магнитных полей. При увеличении поля росла величина пиков, а структура оставалась прежней.

При приложении магнитных полей 300 А/м микропровод намагничивался до насыщения. На рисунке 1.15.в. представлено магнитное изображение микропровода в поле $H \sim 500$ А/м, которое было измерено на максимальном, 700 мкм, удалении от микропровода.

Полученные данные о намагничении микропроводов во внешних магнитных полях показали, что благодаря своим магнитомягким свойствам, отрезок микропровода может выполнять роль концентратора магнитного потока для высокотемпературного СКВИДа.

1.4.2 Сканирующий магнитометр СКВИД-магнитопровод для исследования объектов при комнатной температуре

Сканирующие СКВИД-магнитометры являются наиболее чувствительными приборами, позволяющими получать изображения магнитного поля вблизи поверхности образца. Улучшение их пространственного разрешения является желательной целью для изучения многих типов объектов. Прямым способом достижения высокого пространственного разрешения является уменьшение расстояния между СКВИДом и образцом и уменьшение размеров СКВИДа. Недавно был предложен другой подход, заключающийся в присоединении к СКВИДу тонкого магнитопровода из магнитомягкого материала, что также позволило повысить пространственное разрешение [56]. На рисунке 1.16. схематически показаны оба варианта датчиков в виде одиночного СКВИДа (рисунок 1.16.а) и композиции СКВИД-магнитопровод (рисунок 1.16.б).

Использование датчика СКВИД-магнитопровод очень привлекательно в случае измерения образцов при комнатной температуре [57-59], но для достижения хорошей чувствительности к магнитному полю и высокого пространственного разрешения необходимо изучение реальных параметров и конструкции магнитопровода.

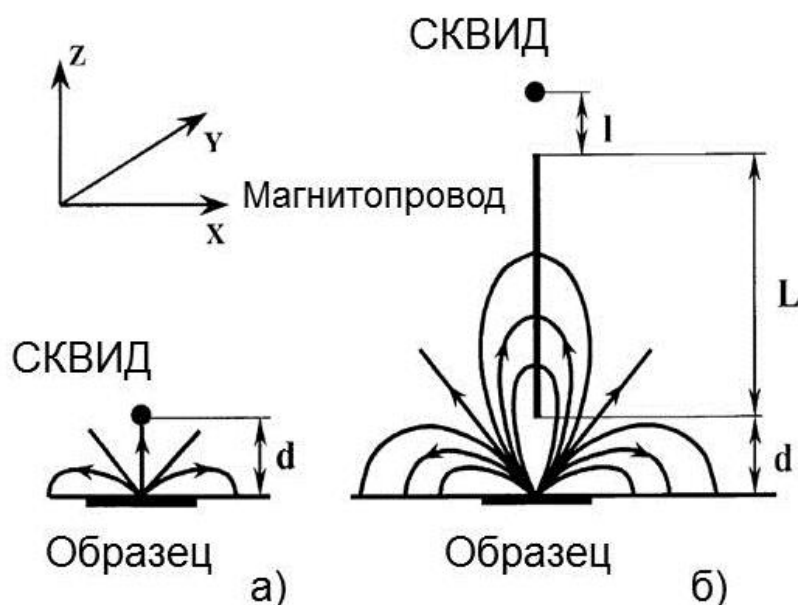


Рисунок 1.16. Взаимное расположение образца и вариантов датчиков: (а) одиночный СКВИД-датчик; (б) датчик СКВИД-магнитопровод и схематическое искажение силовых магнитных линий в присутствии магнитопровода.

В работе [51] было проведено сравнение двух рассмотренных выше конфигураций датчиков при температуре кипения жидкого азота 77 К. В ходе стандартных измерений использовался высокотемпературный СКВИД [48]. При изготовлении датчика СКВИД-магнитопровод использовались отрезки аморфного ферромагнитного микропровода CoFeCrSiB диаметром 50 мкм и длиной 3 мм, описанные в разделе 1.5.1. Отрезок фиксировался над приемной петлей СКВИДа перпендикулярно ее плоскости.

В сравнительной серии экспериментов в качестве образца использовалась тонкопленочная квадратная петля со стороной 0.4 мм по которой протекал постоянный ток 5 мА. Магнитное изображение этой петли, полученное с

помощью СКВИДа на расстоянии ~ 150 мкм, приведено на рисунке 1.17.а. Магнитное изображение токовой петли, измеренное с помощью датчика СКВИД-магнитопровод на том же расстоянии ~ 150 мкм между токовой петлей и концом магнитопровода, приведено на рисунке 1.17.б. Видно, что во втором случае изображение более сглажено и имеет меньшую амплитуду, чем изображение полученное с помощью одиночного СКВИД-датчика, но надежно регистрирует все особенности распределения магнитного сигнала от токовой петли.

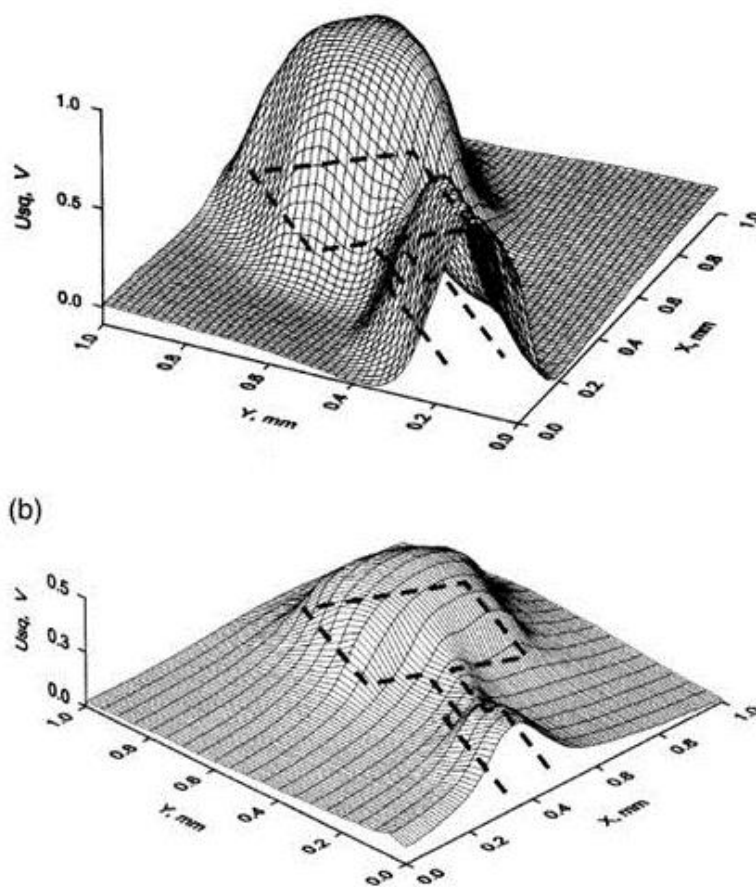


Рисунок 1.17. Магнитные изображения прямоугольной токовой петли (сторона 0.4 мм, ток 5 мА) измеренные на расстоянии образец-датчик около 150 мкм: (а) с помощью одиночного СКВИД-датчика; (б) с помощью датчика СКВИД-магнитопровод.

Для измерения образцов, находящихся при комнатной температуре, была разработана специальная конструкция санирующего СКВИД-магнитометра [51], в котором используется комбинированный датчик СКВИД-магнитопровод. Схематическое изображение измерительной части показано на рисунке 1.18.

Основой конструкции такого измерителя является специализированный азотный криостат с вакуумной камерой. СКВИД закреплен внутри вакуумной камеры на верхней части холодного сапфирового стержня длиной 150 мм, который охлаждается благодаря хорошему термоконтакту с резервуаром жидкого азота. Магнитопровод длиной 3 мм, изготовленный из 50-мкм аморфного ферромагнитного микропровода CoFeCrSiB , вклеен в тонкое стеклянное окно толщиной 0,7 мм и диаметром 25 мм. Окно с магнитопроводом приклеено к кварцевому корпусу, имеющему отверстие диаметром 16 мм, под которым расположен СКВИД. Кварцевый корпус вакуумноплотно крепится к сильфону из нержавеющей стали и может перемещаться с помощью регулировочных механизмов, чтобы обеспечить соосность и минимальное расстояние между магнитопроводом и СКВИДом. Результаты, представленные в [51], продемонстрировали работоспособность датчика СКВИД-магнитопровод.

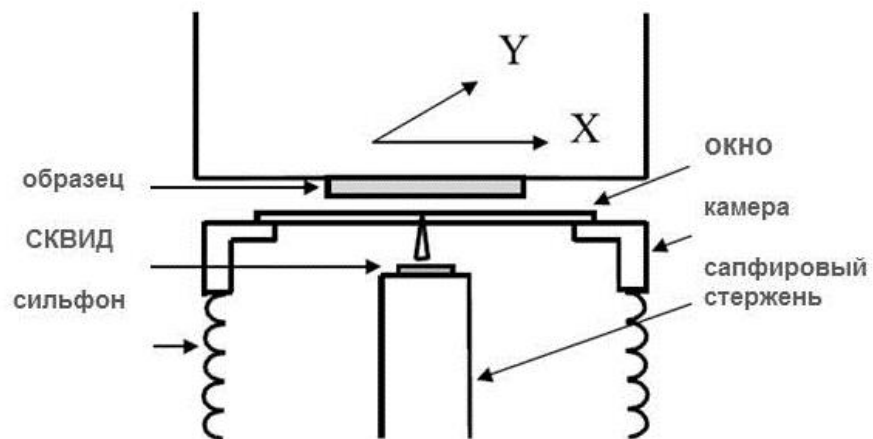


Рисунок 1.18. Схематическое изображение измерительной части с комбинированным датчиком СКВИД-магнитопровод

Завершая раздел, связанный с описанием использования аморфных ферромагнитных микропроводов в качестве концентраторов магнитного потока, следует упомянуть одно важное обстоятельство. Благодаря наличию эффекта гигантского импеданса в аморфных ферромагнитных микропроводах с циркулярной магнитной анизотропией, отрезок микропровода используемый в качестве магнитного концентратора, может сам являться магниточувствительным

элементом и измерять слабые локальные магнитные поля объектов при комнатной температуре. В настоящей работе такому направлению исследований уделено особое внимание.

1.5 Выводы по разделу 1

Таким образом, представленные выше данные, а также результаты других исследовательских групп, указывают на сложную зависимость магнитных характеристик покрытых стеклянной оболочкой аморфных ферромагнитных микропроводов от технологических параметров изготовления, состава металлической жилы и ее соотношения с диаметром стеклянной оболочки. Наиболее перспективными с точки зрения их применений в сенсорных приложениях являются кобальтовые микропровода с квазилинейной петлей гистерезиса и малой остаточной намагниченностью, относящиеся к первой группе. К основным магнитным параметрам таких микропроводов следует отнести намагниченность насыщения M_s , константу магнитострикции λ_s и величину остаточных закалочных напряжений $\Delta\sigma$.

При этом, ограниченный доступ к производству микропроводов с одной стороны и значительный разброс характеристик предоставляемых микропроводов с другой стороны, показал необходимость целенаправленного «инжиниринга» их электромагнитных свойств на базе собственной технологии в НИТУ МИСИС. Таким образом, отладка собственной полной технологической цепочки получения микропроводов с определенными свойствами и стала основной целью данного исследования.

Кроме того, использование кобальтового микропровода в качестве концентратора магнитного потока в сканирующем СКВИД-магнитометре, показало принципиальную возможность регистрации локальных магнитных полей

образцов, используя кончик отрезка микропровода как магниточувствительный элемент. При этом, магнитный отклик микропровода может измеряться не только СКВИДом, но и самим микропроводом, за счет недиагонального ГМИ-эффекта. Данный подход – разработка миниатюрного ГМИ-датчика и создание на его основе сканирующего ГМИ-магнитометра – был сформулирован в виде отдельной задачи данного исследования.

Глава 2. Объект и методы исследования

Базовая технология изготовления покрытых стеклянной оболочкой аморфных ферромагнитных микропроводов была достаточно разработана уже в последней четверти прошлого века [32]. Однако дальнейшее совершенствование этой технологии не было доведено до серийного изготовления микропроводов с заданными и воспроизводимыми свойствами. Из-за особенностей процесса получения микропровода, по его длине, может появляться небольшой уход диаметров, а также могут наблюдаться определенные изменения его физических свойств.

Особенность проведенного в данной работе исследования заключается в том, что в нем объединены отлаженное собственное производство кобальтовых микропроводов на установке НИТУ МИСИС, технология их последующей термообработки, а также специально разработанные новые экспериментальные методы и приборы для изучения комплекса электрических и магнитных свойств микропроводов. Кроме того, важным результатом является успешный опыт экспериментального и теоретического анализа физических процессов в аморфных ферромагнитных микропроводах изготовленных другими ведущими производителями и их сравнения с микропроводами собственного производства. Все это позволило изготовить образцы кобальтовых микропроводов на основе которых стало возможным создание высокочувствительных сенсоров слабых магнитных полей, датчиков механических напряжений и миниатюрных температурных датчиков.

В данной главе представлены свойства микропроводов, которые были исследованы в данной работе. Дано описание технологии изготовления аморфных микропроводов в стеклянной оболочке на основе метода Тейлора – Улитовского в НИТУ МИСИС, особенности нового метода термообработки, применяемого для получения микропроводов с определенными свойствами. Представлены новые

экспериментальные методы изучения свойств микропроводов, предложенные и развитые в данной работе.

2.1 Объект исследования – аморфные ферромагнитные микропровода покрытые стеклянной оболочкой.

Все проведенные в данной работе исследования связаны с изучением и использованием микропроводов изготовленных методом Тейлора-Улитовского. На первом этапе работы исследовались аморфные ферромагнитные микропровода любезно предоставленные профессором Жуковым А.П. (ф. ТАМАГ, Испания). Затем изучались микропровода изготовленные в лаборатории Молоканова В.В. (ИМЕТ РАН). После отладки технологии и получения опытных серий микропроводов в НИТУ МИСИС, исследования проводились уже на образцах микропроводов собственного производства. Составы и геометрические параметры микропроводов приведены в Таблице 2.1.

В микропроводах, предоставленных проф. Жуковым [60], использовались эвтектические составы на основе Co с добавками других переходных металлов (Ni, Mn) и металлоидов (B; Si; G...). При этом геометрия микропроводов с соотношением диаметров металлической жилы, d , к общему диаметру микропровода, D , варьировалась путем контроля параметров технологического процесса. Отношение $p = d/D$ в большинстве случаев варьировалось в пределах от 0.1 до 0.98. Химический состав выбирался на основе его влияния на константу магнитострикции и магнитомягкие свойства аморфных сплавов в виде лент и микропроводов [61]. В частности, типичным составом для изготовления микропровода в стеклянной изоляции на основе Co для получения высоких магнитно-мягких свойств была выбрана серия составов $Co_{69-x}Mn_{6+x}Si_{10}Bi_5$ где, меняя химический состав металлической жилы (в пределах x от 0 до 1) можно получить разнообразные магнитные свойства. Кроме того, был выбран ранее

исследованный состав $\text{Co}_{67}\text{Fe}_{3.85}\text{Ni}_{1.45}\text{Bi}_{1.5}\text{Si}_{14.5}\text{Mo}_{1.7}$ показавший высокие магнитно-мягкие свойства для аморфных лент [62]. Такие микропровода были получены с различным геометрическим коэффициентом $p=d/D$, от $p=0;1$ до $0;98$. [63] (см. геометрические характеристики и химические составы в Таблице 2.1.). Отметим, что проф. Жуковым также были предоставлены образцы микропроводов на основе Fe.

Микропровода, изготовленные в ИМЕТ РАН имели состав $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$. Их отличительной особенностью был большой диаметр металлической жилы микропровода – 50 мкм [64,65].

После отладки технологии в НИТУ МИСИС для изготовления микропроводов в стеклянной оболочке на основе Co была выбрана серия составов $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ отличающихся разным содержанием хрома (где $x = 0, 2, 4, 6$ ат. %). Дополнительно, при разных технологических режимах, были изготовлены серии микропроводов состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, отличающиеся диаметрами металлической жилы и общим диаметром микропровода. Основные свойства микропроводов также приведены в Таблице 2.1.

Таблица 2.1 Характеристики исследуемых микропроводов на основе Co

Источник	№	состав	d, диаметр кора, μm	D Внешний диаметр, μm	d/D
ф. ТАМАГ Испания	Ж1	$\text{Co}_{67}\text{Fe}_{3.85}\text{Ni}_{1.45}\text{B}_{11.5}\text{Si}_{14.5}\text{Mo}_{1.7}$	21.4	26.2	0.816
	Ж2	$\text{Co}_{65}\text{Fe}_4\text{Ni}_2\text{B}_{13.5}\text{Si}_{14}\text{Mo}_1\text{C}_{0.5}$	11.8	15.8	0.747
	Ж3	$\text{Co}_{67}\text{Fe}_{3.85}\text{Ni}_{1.45}\text{B}_{11.5}\text{Si}_{14.5}\text{Mo}_{1.7}$	22.4	22.8	0.982
ИМЕТ РАН	И1	$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	55.0	80.0	0.688
	И2			55	1
НИТУ МИСиС	Cr0	$\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$			
	Cr2	$\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{Cr}_2\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$			
	Cr4	$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$			
	Cr6	$\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Cr}_6\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$			
	Cr8	$\text{Co}_{65}\text{Fe}_4\text{Cr}_8\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$			
НИТУ МИСиС	M2	$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	18,16	34,37	0,528
	M3		14,22	29,29	0,485
	M4		11,59	30,18	0,384
	M5		13,55	29,28	0,463
	M6		22,62	33,23	0,681
	M7		16,14	25,94	0,622
	M8		19,11	29,82	0,641

2.2 Технологические особенности литья микропроводов методом Улитовского – Тейлора в НИТУ МИСИС.

Технологическое оборудование НИТУ МИСИС в виде установки для литья микропровода ITMF-3, предназначена для получения микропроводов методом Тейлора – Улитовского в промышленных и лабораторных условиях. Микропровода с диаметром металлической жилы от 2 до 30 μm и толщиной стеклянной оболочки от 2 до 15 μm . могут быть получены из чистых металлов, а также сплавов на основе железа, кобальта, никеля и других металлов. На ITMF-3 можно получать длинномерные микропровода, длиной до 1 км и более. За счет высокой скорости охлаждения микропровода, обеспечиваемых технологическим процессом литья, в его металлической жиле могут формироваться аморфные, поли и микро кристаллические структуры. Отработка технологического процесса изготовления ферромагнитных микропроводов в аморфном состоянии является важной частью данного исследования. В разделе 1.1.2. было дано описание метода получения, литого микропровода, поэтому ниже приведены особенности технологической установки ITMF-3, представленные в отчете проекта «K2-2015-18» [6].

Установка ITMF-3 позволяет получать микропровод «капельным методом». Получаемый микропровод представляет собой центральную металлическую жилу (тонкий цилиндр микронного размера) диаметром d и сплошную стеклянную оболочку с общим диаметром D . В установке ITMF-3 продолжительность литья ограничена объемом капли расплава в микрованне. Внешний вид установки показан на рисунке 2.1.а, а на рисунке 2.1.б приведена фотография микрованны расплавленного металла с системой охлаждения микропровода в виде струи охлаждающей жидкости, через которую проходит микропровод в процессе литья.

Для контроля технологического процесса во время литья микропровода в ITMF-3 используется индикатор погонного сопротивления (ИПС). ИПС располагается ниже струи охлаждающей жидкости и состоит из высокочастотного генератора, передающей антенны и приёмника высокочастотного сигнала.

Принцип работы ИПС основан на измерении величины тока высокочастотного тока, проходящего через микропровод. Генератор высокой частоты (частота = 6 МГц) передаёт в передающую антенну ИПС, в результате чего в микропроводе наводится высокочастотный ток, амплитуда которого зависит от его погонного сопротивления. Сигнал регистрируется приемной антенной, в качестве которой используется приемная бобина, на которую наматывается микропровод. Отрезок микропровода между передающей антенной и приемной бобиной служит рабочим участком контроля погонного сопротивления. Приёмник обрабатывает сигнал, который после выпрямления и преобразования в цифровую форму поступает на пульт управления для отображения погонного сопротивления микропровода на дисплее и записи его в архив.

Операция заплавки и формирование микрованны расплава – наиболее сложная и ответственная стадия подготовки к литью микропровода. После того, как капля полностью закрыта снизу размягчённым стеклом, из нее вытягивается микрокапилляр, который заводится в ловушку вращающейся бобины приёмного механизма и начинается автоматический процесс изготовления микропровода с установленным значением погонного сопротивления.

В процессе литья микропроводов методом Улитовского-Тейлора основными регулируемыми технологическими параметрами являются: мощность индуктора, температура капли расплава, скорость подачи стеклянной трубки, скорость смотки и погонное сопротивление микропровода. Основными «выходными» параметрами изготовленных микропроводов являются состав металлической жилы, ее диаметр d и диаметр стеклянной оболочки D . Изучение физических свойств микропроводов является самостоятельной научно-технической задачей.

К недостаткам метода следует отнести нестационарность процесса получения микропровода, которая связана с непрерывным уменьшением количества металла в капле, изменением температуры и положения капли в индукторе в процессе литья. Вследствие этого может наблюдаться некоторый уход геометрических параметров и свойств получаемого микропровода.



Рисунок 2.1. Установка ITMF-3 для литья микропроводов методом Тейлора–Улитовского: а) внешний вид установки; б) фотография «микрованны» расплавленного металла и струи охлаждающей жидкости [6].

2.3 Методы исследования свойств микропроводов

Из-за малости диаметров микропроводов, и, как следствие, малости исследуемого количества магнитного вещества, изучение их геометрических, тепловых, электрических и магнитных свойств требует использования специализированного или адаптированного под измерения микропроводов оборудования. В ходе настоящих исследований некоторые измерения проводились на оборудовании других организаций. Не описывая все использованные методы, остановимся более подробно на методах, которые были специально созданы для измерений свойств микропроводов в данной работе.

2.3.1 Вибромагнитометрия, измерение петель гистерезиса

Вибромагнитометр позволяет проводить исследования кривых намагничивания и петель гистерезиса магнитных материалов путем измерения магнитного момента исследуемого образца при его возвратно-поступательном движении в квазистатическом магнитном поле [66].

Современная вибромагнитометрия – это стандартный и широко распространенный метод. Тем не менее, проведение измерений образцов микропроводов с использованием данного метода связано с рядом особенностей. Во-первых, длина исследуемого отрезка микропровода не может превышать 10 мм (обычно 5 – 7 мм), поэтому из-за малости магнитного момента образца микропровода измерения должны проводиться с предельной чувствительностью. В случае малых диаметров металлической жилы микропровода (< 10 мкм) регистрируемые петли могут быть зашумлены. Во-вторых, поскольку микропровода характеризуются исключительно магнитомягкими свойствами, измерения должны проводиться в относительно слабых магнитных полях при малом шаге изменения магнитного поля.

Для измерения образцов магнитомягких материалов был разработан и создан специализированный вибромагнитометр ВМ-2К, обеспечивающий измерение петель гистерезиса образцов с магнитным моментом от 5×10^{-6} едм до 1 едм, в интервале подмагничивающих полей ± 200 Э, при комнатной температуре [67-69].

На рисунке 2.2. приведен пример регистрации гистерезисной кривой образца аморфного ферромагнитного микропровода в стеклянной оболочке на основе железа диаметром 18 мкм и длиной 5.1 мм [39]. Основная кривая, рисунка 2.3., была измерена на ВМ-2К в магнитных полях ± 200 Э с шагом 1 Э. На вставке рисунка 2.3. представлена детальная запись в области нулевых магнитных полей, $+1.5/-2$ Э, с шагом 0.05 Э. Столь малый шаг изменения магнитного поля для магнитной колечной системы ВМ-2К позволил детально прописать гигантский скачок Баркгаузена, характерный для микропроводов с положительной константой магнитострикции.

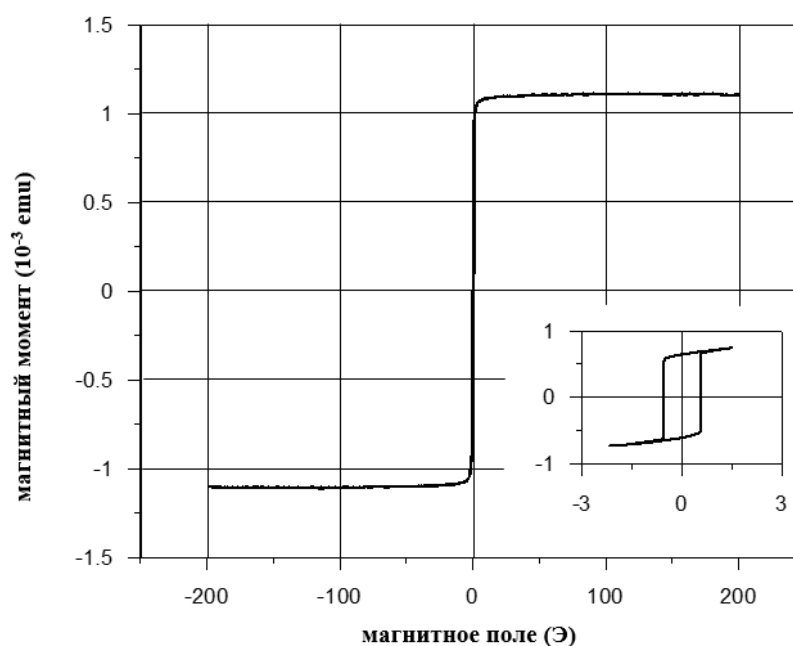


Рисунок 2.2. Пример гистерезисной кривой аморфного ферромагнитного микропровода в стеклянной оболочке на основе железа измеренного в диапазоне магнитных полей ± 200 Э и в области нулевых магнитных полей $+1.5/-2$ Э (вставка) [69].

2.3.2 Измерение динамических петель гистерезиса

Для измерения динамических петель гистерезиса микропроводов в слабых полях, до 20 Э, наиболее удобным является индукционный метод. Данный метод заключается в перемагничивании микропровода в переменном продольном магнитном поле и измерении сигнала наводимого в приемной катушке, пропорционального изменению намагниченности образца. В ходе работы был создан лабораторный макет индукционного магнитометра [43], в котором для создания однородного переменного магнитного поля использовался соленоид длиной 7 см и диаметром 5 мм. Для измерения магнитного отклика микропровода использовалась миниатюрная приемная (дифференциальная) катушка, включающая измерительную катушку (число витков $N = 200$) и последовательно соединенную с ней аналогичную компенсирующую катушку. При настройке системы в приемной катушке достигается точная компенсация сигнала магнитного поля, создаваемого соленоидом в отсутствие образца. В процессе измерений к микропроводу могут подвешиваться грузы различной массы. Функциональная схема индукционного магнитометра показана на рисунке 2.3.

Перед измерениями исследуемый образец микропровода длиной более 10 см пропускается через приемную катушку, расположенную внутри соленоида. В ходе измерений соленоидом создается линейное пилообразное магнитное поле, частотой ~ 100 Гц, которое перемагничивает микропровод. Из-за перемагничивания микропровода в приемной катушке наводится сигнал ЭДС пропорциональный восприимчивости микропровода [37]. Усиленный сигнал ЭДС и сигнал пропорциональный воздействию магнитному полю одновременно записываются в ПК. После интегрирования сигнала ЭДС по времени, можно получить динамические петли гистерезиса микропровода.

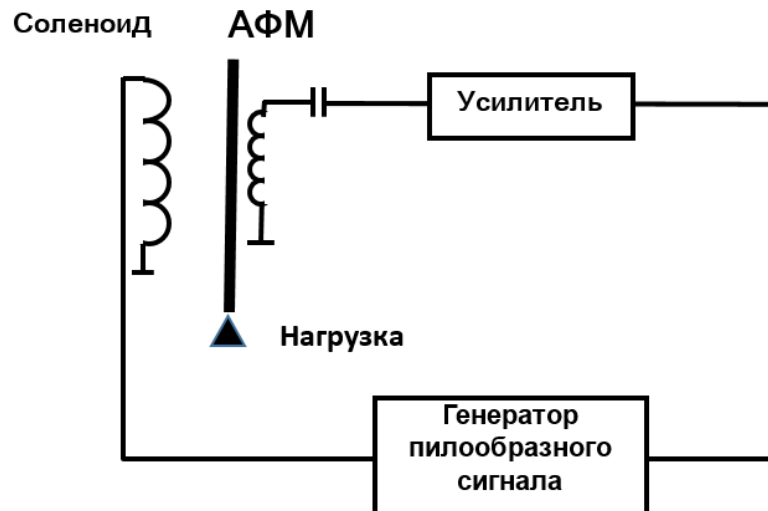


Рисунок 2.3. Функциональная схема индукционного магнитометра.

В качестве примера, для микропровода с диаметром металлической жилы 55 мкм состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ и диаметром стеклянной оболочки 80 мкм [44], на рисунке 2.4.а, приведены индукционные сигналы, измеренные на выходе усилителя при разных растягивающих напряжениях. и соответствующие им динамические петли гистерезиса (рисунок 2.4.б). С увеличением механической нагрузки (массы грузов) амплитуда этих пиков уменьшается. Динамические петли АФМ характеризуются наличием остаточной намагниченности и коэрцитивной силой $H_c = 0.5$ Э. Увеличение механического напряжения приводит к уменьшению угла наклона петли и к практически линейному увеличению величины эффективного поля анизотропии.

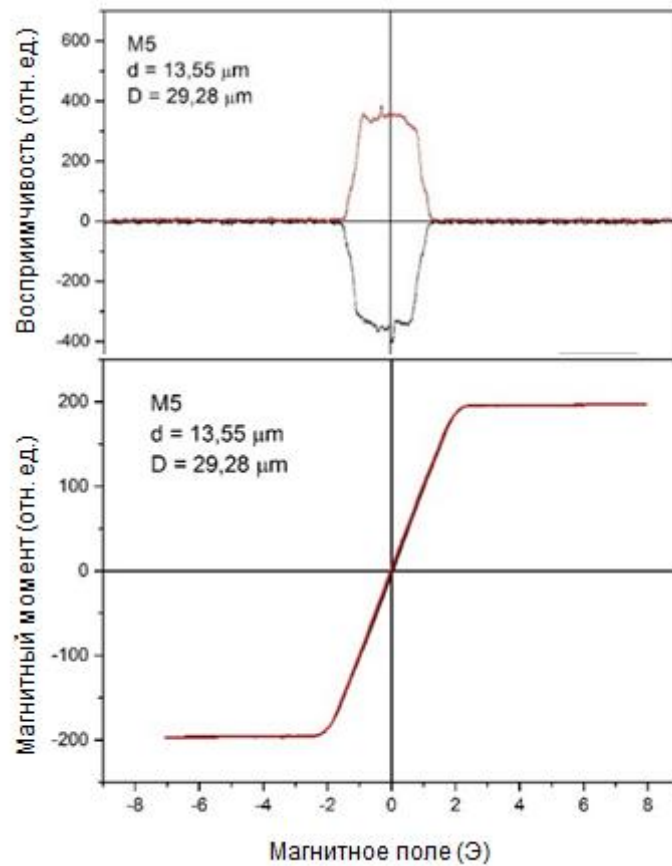


Рисунок 2.4. Сигналы микропровода с диаметром жилы 55 мкм, измеренные индукционным методом при механических напряжениях, создаваемых массами $m = 20, 60$, и 100 г: а) сигналы ЭДС на выходе усилителя; б) петли гистерезиса.

2.3.3 Метод измерения малоуглового вращения вектора намагниченности микропровода

Метод малоуглового вращения вектора намагниченности позволяет достаточно точно определять наиболее важные параметры микропровода, такие как константа магнитострикции, затравочное поле анизотропии, остаточные закалочные напряжения.

На рисунке 2.5 приведена функциональная схема измерительной системы [45], которая была разработана для измерений зависимости амплитуды второй гармоники ЭДС, возникающей в приемной катушке, $E_{2f}(H_{0z})$, от внешнего продольного магнитного поля, при различных приложенных растягивающих

напряжениях. Для проведения измерений исследуемый микропровод протягивается через скомпенсированную измерительную катушку, расположенную внутри соленоида, задающего внешнее однородное магнитное поле H_{0z} . Верхний конец микропровода механически жестко фиксируется на измерительном модуле и к нему подсоединяется первый контакт источника переменного тока. На нижнем конце микропровода закрепляется цанговый зажим (массой 0.5 г), к которому подсоединяется второй контакт от источника переменного тока. В процессе измерений к цанговому зажиму подвешиваются грузы различной массы. При измерениях микропровод запитывается переменным током частоты f , а сигнал ЭДС измерительной катушки на частоте $2f$ усиливается и детектируется с помощью детектора.

В работе [45] для амплитуды сигналов второй гармоники ЭДС в зависимости от продольного магнитного поля H было получено приближенное аналитическое соотношение

$$E_{2f}(H) = \frac{C_{2f}}{(H_{a,ef} - H)^2}, \quad (2.1)$$

справедливое в достаточно сильном приложенном магнитном поле, превышающем эффективное поле анизотропии провода, $H \gg H_{a,ef}$. В этом выражении C_{2f} это коэффициент, зависящий от намагниченности насыщения микропровода и параметров его возбуждения, $H_{a,ef} = H_a(\Delta\sigma + \sigma_{zz}^{(a)})$ это эффективное поле анизотропии, где H_a есть затравочное поле анизотропии, $\Delta\sigma$ – приведенная амплитуда закалочных напряжений, а $\sigma_{zz}^{(a)}$ это приведенное механическое напряжение, приложенное к микропроводу.

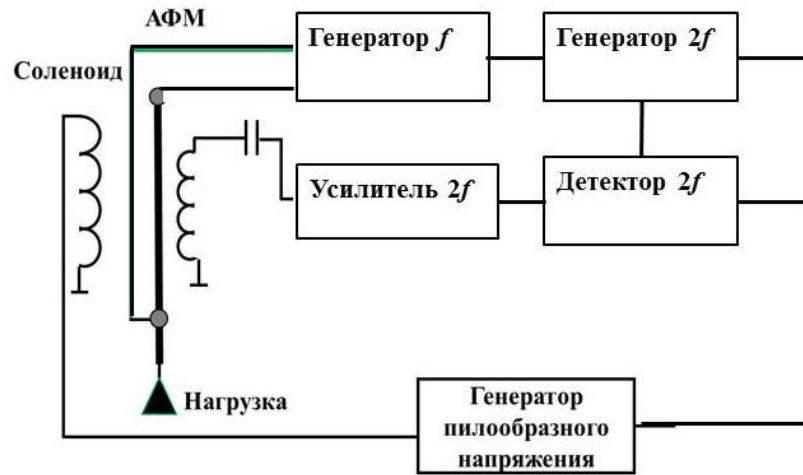


Рисунок 2.5. Функциональная схема измерительной системы [45]

Из сравнения экспериментальных и теоретических данных могут быть найдены основные физические параметры микропровода, включающие затравочное поле анизотропии H_a , и приведенную величину остаточных закалочных напряжений $\Delta\sigma$. Затем константа магнитострикции микропровода может быть вычислена по соотношению [70] $\lambda_s = H_a M_s / 3\sigma_0$, где $\sigma_0 = 100$ МПа, если известна намагниченность насыщения провода.

Для примера на рисунке 2.6. приведены кривые МВВН измеренные при разных механических напряжениях и при значениях магнитного поля, больших эффективного поля анизотропии микропровода. Используя значения ЭДС второй гармоники, рассчитанные в соответствии с уравнением (2.1), было определено затравочное поле анизотропии провода, $H_a = 0.25$ Э, и средняя величина остаточных закалочных напряжений, $\Delta\sigma = 137$ МПа. Используя полученное ранее значение намагниченности насыщения, $M_s = 590$ ед/см³, для константы магнитострикции провода было получено значение $\lambda_s = -0.49 \times 10^{-7}$.

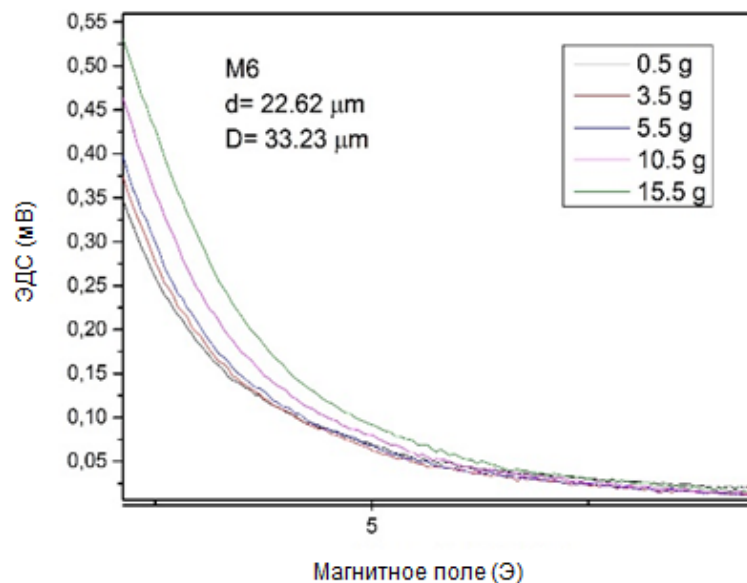


Рисунок 2.6. Амплитуда сигналов 2-ой гармонике в зависимости от подвешенных грузов и воздействующего магнитного поля. Сравнение экспериментальных данных (точки) и теоретических расчетов (линия).

2.3.4 Методы измерения магнитоимпедансных характеристик.

Общеизвестно [60], что эффект ГМИ состоит в гигантском (более 100%) изменении реальной и мнимой частей импеданса под действием приложенного статического магнитного поля. Эффект ГМИ – электродинамический эффект связанный со скин-эффектом в магнитомягком проводнике по которому протекает электрический ток достаточно высокой частоты. Глубина скин-слоя, δ , при этом, согласно классической электродинамике, зависит от магнитного поля.

Анизотропия микропровода приводит к тензорному виду его магнитной проницаемости и, соответственно, магнитного импеданса. Переменный ток i_w , протекающий по ферромагнитному микропроводу вызывает появление напряжения как на концах микропровода (V_w), так и на концах катушке (V_c), навитой на микропровод. Аналогично, переменный ток в катушке i_c , вызывает появление напряжения как на концах катушки, так и на концах микропровода.

Таким образом, для ферромагнитного микропровода можно обобщить закон Ома и ввести понятие тензора импеданса.

$$\bar{V} = \hat{Z} \bar{i}$$

$$\bar{V} = \begin{pmatrix} V_w \\ V_c \end{pmatrix}, \hat{Z} = \begin{pmatrix} Z_{zz} & Z_{\varphi z} \\ Z_{z\varphi} & Z_{\varphi\varphi} \end{pmatrix}, \bar{i} = \begin{pmatrix} i_w \\ i_c \end{pmatrix} \quad (2.2)$$

На Рисунке 2.7 представлены структурные схемы, которые поясняют каким образом могут быть измерены компоненты тензора импеданса микропровода. В этих схемах система «микропровод-катушка» представляет собой четырехполюсник с соответствующими парами «сигнал возбуждения – выходной сигнал». Возможность измерений компонент тензора магнитоимпеданса исследовалась в работах (см., например, [23,71-**Ошибка! Источник ссылки не найден.**]). На рисунке 2.8. приведены экспериментальные сигналы каждой из компонент тензора импеданса микропровода.

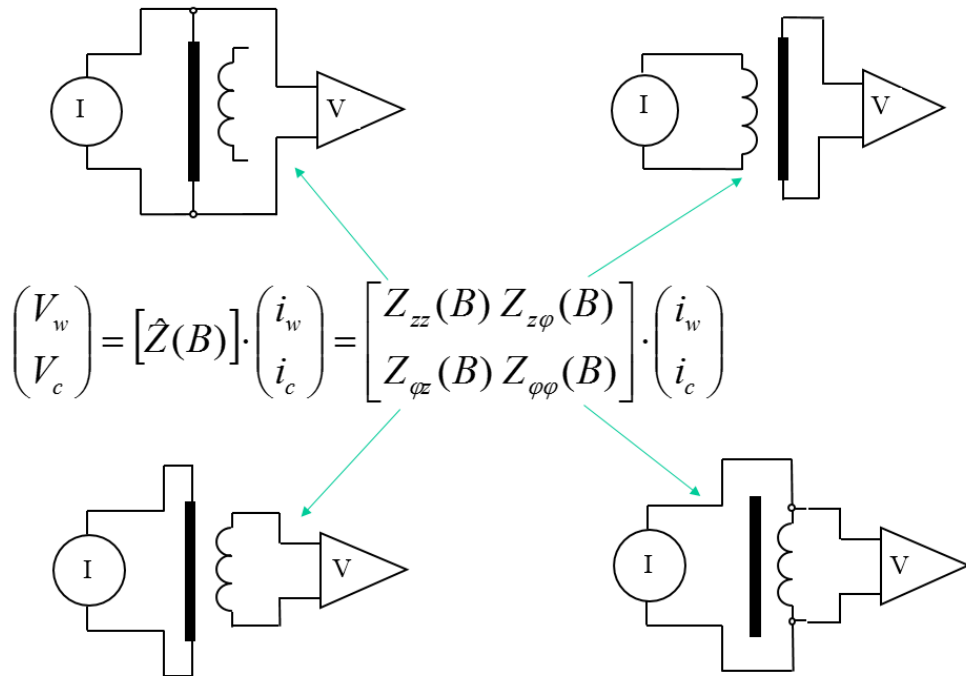


Рисунок 2.7. Схемы измерений компонент тензора импеданса [74]

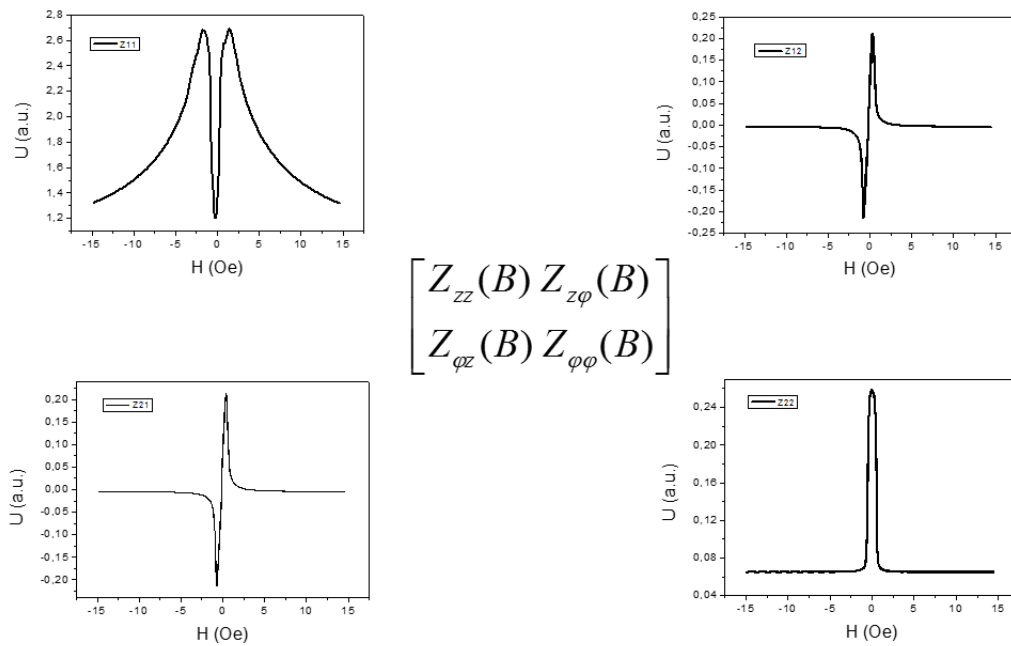


Рисунок 2.8. Экспериментальные зависимости компонент тензора импеданса, соответствующие схемам измерения на рисунке 2.8. [74]

Функциональная схема измерительной системы регистрации сигналов, пропорциональных компонентам тензора магнитного импеданса, приведена на рисунке 2.9. Для их измерения был изготовлен специальный держатель, который имел разводку для подключения отрезка микропровода длиной 6 – 10 мм и приемной катушки. Приемная катушка диаметром 0.5 мм была изготовлена вручную из 50 мкм провода и содержала 85 витков. Подключение микропровода осуществлялось при помощи пайки, после удаления стеклянной оболочки на концах микропровода острым скальпелем. Фотография держателя микропровода приведена на вставке рисунка 2.9.

В измерительной системе (рисунок 2.9), для формирования сигнала возбуждения используется источник постоянного тока смещения и генератор ВЧ, формирующий переменный синусоидальный сигнал частотой $f = 4$ МГц. Для регистрации выходного сигнала четырехполюсника используются два независимых измерительных канала №1, №2, каждый из которых содержит усилитель и перемножитель (синхронный детектор). Внешнее пилообразное

низкочастотное магнитное поле создается соленоидом, который запитывается от генератора пилообразного тока. Перед измерениями держатель ГМИ с исследуемым образцом микропровода подключается экранированной витой парой длиной 0,5 м к измерительной системе и закрепляется внутри соленоида.

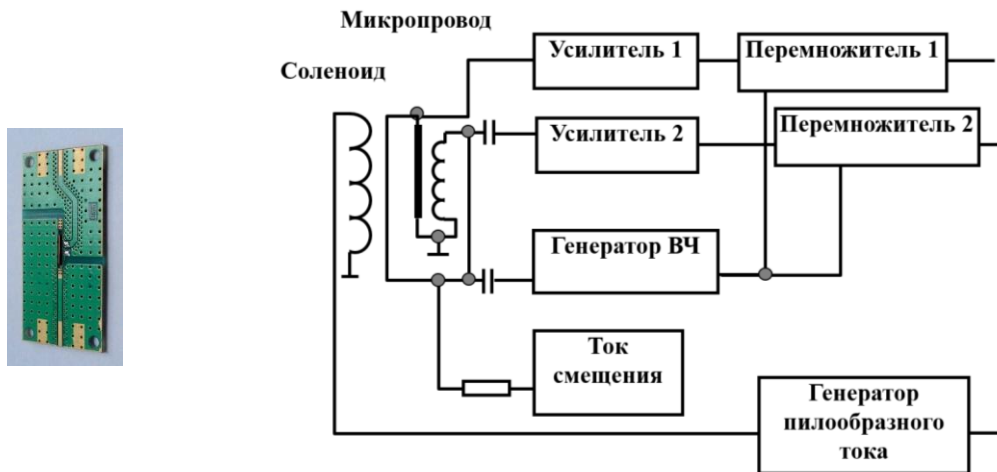


Рисунок 2.9. Функциональная схема измерительной системы регистрации сигналов, пропорциональных компонентам тензора магнитного импеданса микропровода. Слева вставке приведена фотография держателя микропровода с приемной катушкой [75].

Обычно для определения магнитоимпедансных свойств микропровода исследуют продольную диагональную компоненту тензора магнитоимпеданса, Z_{zz} (рисунок 2.8, схема в левом верхнем углу). Для проведения таких измерений через микропровод необходимо пропустить высокочастотный ток, что требует пайки микропровода.

Чтобы избежать процесса вырезания отрезка микропровода и его пайки, в данной работе измерялась циркулярная диагональная ГМИ-компонента (рисунок 2.8, схема в правом нижнем углу). Основным преимуществом измерения данной компоненты по сравнению с другими – это возможность бесконтактного измерения ГМИ-отклика в произвольном участке длинного микропровода. Как и в случае «обычной» диагональной ГМИ-компоненты, для нахождения циркулярной диагональной ГМИ-компоненты $\Delta Z/Z$ используется соотношение:

$$\frac{\Delta Z}{Z} (\%) = \frac{Z(H) - Z(H_{\text{макс}})}{Z(H_{\text{макс}})} \times 100 \%, \quad (2.3)$$

где $Z(H)$ – импеданс образца в магнитном поле H , $Z(H_{\text{макс}})$ – импеданс образца в максимальном приложенном магнитном поле.

При измерении сигналов пропорциональных диагональной циркулярной компоненте $Z_{\varphi\varphi}$ микропровода в соленоиде создается линейно изменяющееся продольное магнитное поле амплитудой ± 15 Э. Переменный высокочастотный ток амплитудой ~ 1 мА задается уже в приемную катушку и сигнал снимается с той же катушки. Далее высокочастотный сигнал приемной катушки усиливается (усилитель 2), а затем детектируется на перемножителе 2 и записывается в ПК одновременно с сигналом пропорциональным воздействующему продольному магнитному полю. В качестве примера, на рисунке 2.10 показан сигнал пропорциональный циркулярной диагональной ГМИ-компоненте микропровода.

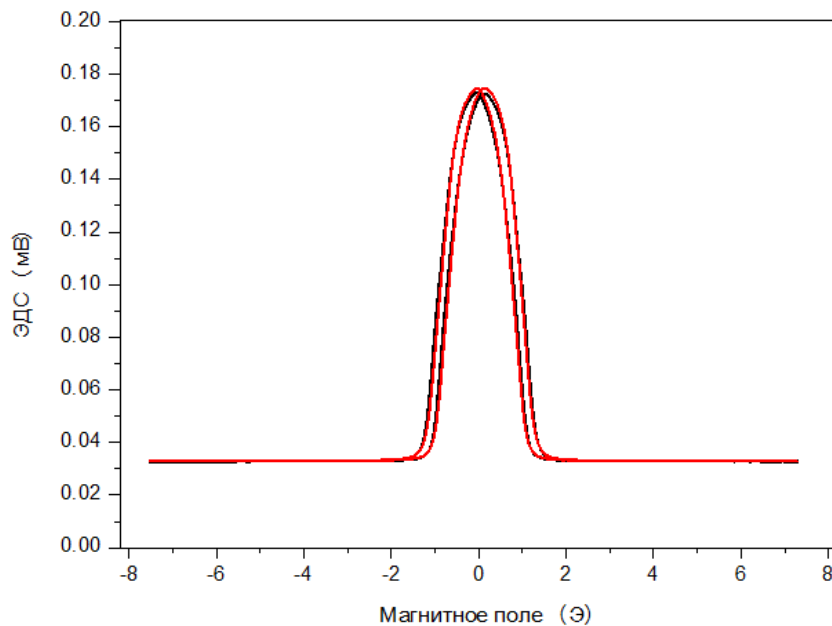


Рисунок 2.10. – Сигнал пропорциональный циркулярной диагональной компоненте тензора импеданса микропровода [44].

После измерения сигналов пропорциональных диагональной циркулярной компоненте $Z_{\varphi\varphi}$ на нескольких участках длинного образца микропровода, из него вырезались отрезки длиной 10 - 12 мм характеризующиеся максимальным ГМИ-

отношением. Затем приготовленные отрезки микропровода использовались для измерения его недиагональной ГМИ-компоненты $Z_{\varphi z}$.

При измерении сигналов пропорциональных недиагональной ГМИ-компоненте $Z_{\varphi z}$ через микропровод пропускается высокочастотный ток амплитудой ~ 1 мА, дополнительно микропровод может запитываться постоянным током смещения амплитудой от 0 мА до 5 мА. Во время измерений в соленоиде создается линейно изменяющееся продольное магнитное поле амплитудой ± 15 Э. Высокочастотный сигнал приемной катушки, пропорциональный недиагональной ГМИ-компоненте усиливается (усилитель 2), а затем детектируется на перемножителе 2 и записывается в ПК одновременно с сигналом пропорциональным воздействующему магнитному полю. В качестве примера, на рисунке 2.11. показана недиагональная ГМИ-компонента микропровода, измеренная без дополнительного тока смещения ($I_{dc} = 0$, черная кривая, рисунок 2.11.) и при задании через микропровод дополнительного тока смещения $I_{dc} = 0.7$ мА, красная кривая на рисунке 2.11. Видно, что добавление небольшого тока смещения линейризует недиагональную ГМИ-компоненту микропровода в области околонулевых (± 1.5 Э) магнитных полей [75].

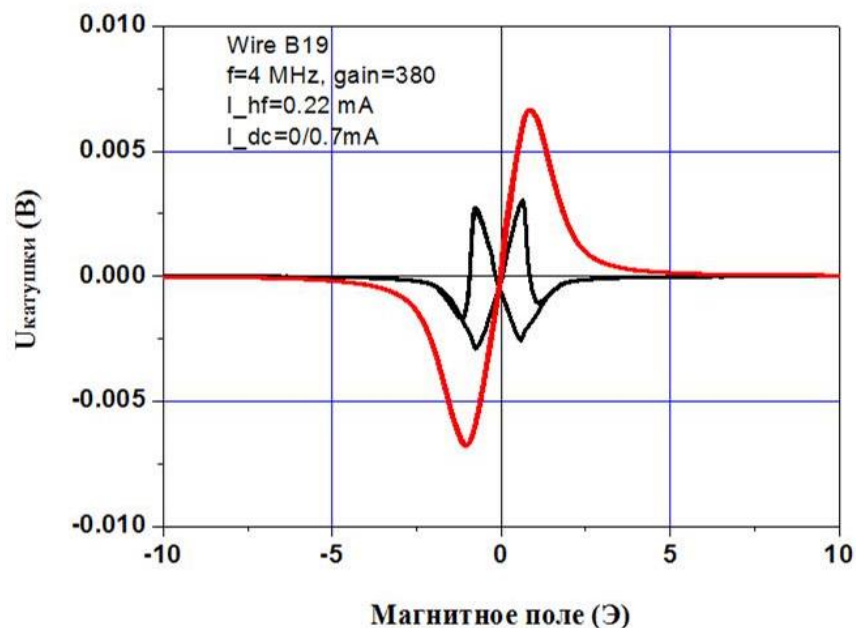


Рисунок 2.11 Сигнал пропорциональный недиагональной компоненте тензора импеданса микропровода, измеренная без тока смещения ($I_{dc} = 0$) и при токе $I_{dc} = 0.7$ мА [75].

2.3.5 Термообработка методом Джоулева нагрева с одновременным контролем резистивных свойств микропроводов.

Свойства изготовленных микропроводов в значительной степени определяются составом металлической жилы и технологическими условиями их изготовления. В процессе литья микропроводов не всегда удается получить микропровода с требуемыми магнитными характеристиками. Однако эта задача может быть решена на следующем этапе, за счет дополнительного отжига микропроводов. При этом, для нахождения требуемых режимов отжига различных микропроводов необходим как контроль параметров термообработки, так и одновременный контроль процессов, происходящих в микропроводах. Выполнение указанных условий было предложено осуществлять за счет Джоулева нагрева при протекании по микропроводу постоянного тока известной величины и одновременного измерения электрического сопротивления микропровода. В ходе работы был спроектирован и изготовлен опытный образец установки для проведения контролируемого многоразового отжига микропроводов с помощью постоянного тока и контроля его электрических характеристик [76].

В соответствии с выбранной методикой, для нагрева через микропровод может протекать постоянный ток амплитудой от 10 мА до 100 мА. Для точного измерения сопротивления микропровода в процессе отжига используется измерительный мост сопротивлений (Мост Уитстона). В процессе нагрева в одно из плеч моста включается исследуемый образец микропровода $R_{амп}$, а в другое плечо включен настраиваемый магазин сопротивлений R_m . При этом два постоянных резистора R_1 , R_2 моста были выбраны таким образом, чтобы большая часть тока шла через плечо, содержащее микропровод. Кроме того, последовательно с микропроводом был включен тестовый резистор номиналом 1 Ом на котором при помощи вольтметра V2 контролировалось напряжение и, соответственно, определялась сила протекающего через микропровод тока.

Питание моста осуществлялось с мощного источника питания TDK-Lambda 80-20. Для проведения точной балансировки моста, с помощью подстройки магазина сопротивлений, между плечами моста дополнительно подключался прецизионный вольтметр V1. Он же регистрировал напряжение небаланса при нагреве микропровода. Функциональная схема установки представлена на рисунке 2.12 [77]. В процессе проведения отжига измерялись временные зависимости напряжения разбалансировки моста $\Delta U(t)$ и величины тока $I(t)$ протекающего через микропровод.

Перед экспериментом закрепленный на специальном держателе образец микропровода сопротивлением R_{afm} . с помощью разъема включается в первое плечо измерительного моста, содержащее прецизионный резистор R_2 ($R_2 \ll R_{afm}$) с известным сопротивлением (в нашем случае $R_2 = 50$ Ом). Второе плечо моста содержит прецизионный резистор R_1 и магазин сопротивлений R_M , необходимый для подстройки моста. Номиналы резисторов R_1 и R_2 выбираются достаточно большими, чтобы основной ток протекал через плечо, содержащее микропровод.

Питание мостовой схемы осуществляется от программно-управляемого источника напряжения TDK-Lambda 80-20. В процессе измерений управляемый источник по заданной программе формирует напряжение питания моста. Программируемый источник позволяет прикладывать к мостовой схеме напряжения в диапазоне от 3 до 80 В, что обеспечивает протекание через микропровод токов амплитудой до 70 мА и выделение тепловой мощности до 5 Вт. Под действием протекающего постоянного тока происходит разогрев микропровода, приводящий к изменению его сопротивления и появлению соответствующего небаланса моста. В процессе нагрева контролируются напряжение питания моста U и напряжение в диагонали моста ΔU .

Перед началом измерений на мост подается небольшое напряжение U_0 (3 В), мост настраивается до достижения условия баланса моста $\Delta U = 0$ за счет подбора сопротивления R_M магазина сопротивлений. После предварительной настройки сопротивление R_M больше не изменяется. Исходное сопротивление

микропровода определяется из уравнения баланса моста, $R_{AMП} = R_1 R_2 / R_M$. Если приложение постоянного напряжения U приводит к изменению начального значения сопротивления микропровода R_{AFM} на величину ΔR (за счет разогрева), то соответствующая величина сопротивления R_{AN} может быть найдена по формуле:

$$R_{AN} = (R_{AMП} + \Delta R) = R_2 \left(\frac{U(R_1 + R_M)}{UR_M + \Delta U(R_1 + R_M)} - 1 \right), \quad (2.4)$$

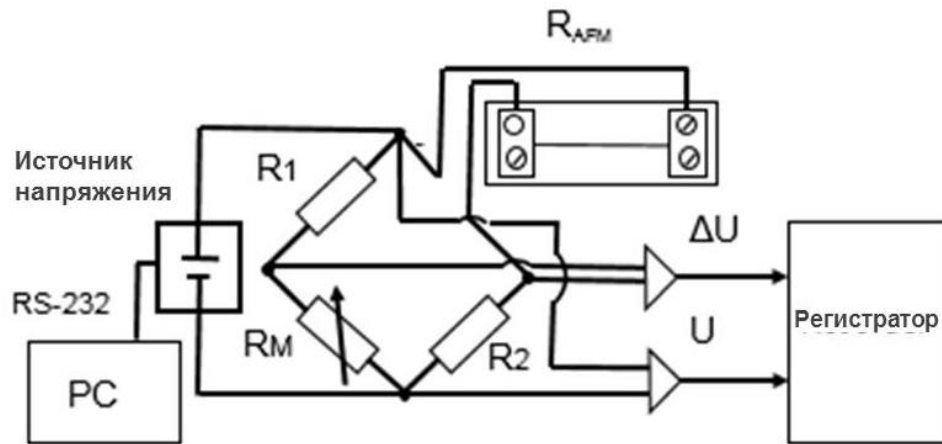


Рисунок 2.12. Функциональная схема системы Джоулевого нагрева микропровода с непрерывным контролем его сопротивления [77].

На рисунке 2.13. приведены данные регистратора, непосредственно измеряемые в ходе эксперимента. На рисунке 2.13.а приведен график управляемого изменения напряжения на мосте U_s , при котором происходит нагрев, выдержка и охлаждение микропровода. В каждом из указанных режимов могут независимо задаваться амплитуда, скорость изменения и длительность удержания напряжения U_s . В примере управляемого нагрева Джоулевым теплом, представленном на рисунке.2.13.а, сначала идет медленное, в течение 40 мин., увеличение напряжения U_s моста от 3 В до 56 В. При этом скорость изменения напряжения U_s выбиралась таким образом, чтобы прикладываемая к микропроводу мощность нагрева увеличивалась с постоянной скоростью 0.1125

Вт/мин. Затем следовала выдержка в течение 10 минут при максимальном напряжении 56 В, соответствующем мощности 4.5 Вт, после чего микропровод охлаждался в течение 10 минут с постепенным снижением мощности со скоростью 0.45 ВА/мин. На рисунке 2.13.б показано изменение напряжения небаланса моста U_m , соответствующее изменению U_s и вызванное нагревом микропровода. Контроль изменения напряжения небаланса моста позволяет оценивать изменения сопротивления микропровода в процессе нагрева Джоулевым теплом.

Пересчет приложенного напряжения моста U_s в ток термообработки I_{AN} проводился с учетом рассчитанного сопротивления микропровода. При этом качестве параметра характеризующего температуру нагрева микропровода R_{AH} использовалась прикладываемая к образцу мощность: $P_{AN} = R_{AMT} \cdot I_{AN}^2$, показанная на рисунке 2.13.в.

После измерений зависимостей U_s и U_m от времени программа компьютера определяет величину сопротивления микропровода в соответствии с выражением (2.4). Чтобы изменения сопротивлений разных микропроводов можно было сравнивать между собой, все результаты представлялись в относительных единицах R_{AH}/R_0 к исходному сопротивлению образца микропровода при комнатной температуре R_0 . Итоговое рассчитанное относительное изменение сопротивления микропровода приведено на рисунке 2.13.г.

В процессе термообработки методом Джоулева нагрева важной задачей является определение температуры микропровода и обеспечение необходимых температурных режимов нагрева. Температура микропровода сложным образом зависит от плотности протекающего тока, а также сопротивления и геометрических размеров образца микропровода. При этом, прямые контактные измерения температуры микропровода при Джоулевом нагреве с помощью термометров сопротивления или бесконтактные измерения пирометрическими методами имеют большую погрешность вследствие малых диаметров аморфных микропроводов. В работе [78], для экспериментального определения температуры

микропровода в ходе Джоулева нагрева, было предложено использовать в качестве термометра сопротивления дополнительный микропровод с известным температурным коэффициентом сопротивления. В предложенном методе используется тот факт, что при нагреве двух микропроводов одного типа, по температуре микропровода, используемого в качестве термометра сопротивления, можно судить о температуре исследуемого микропровода.

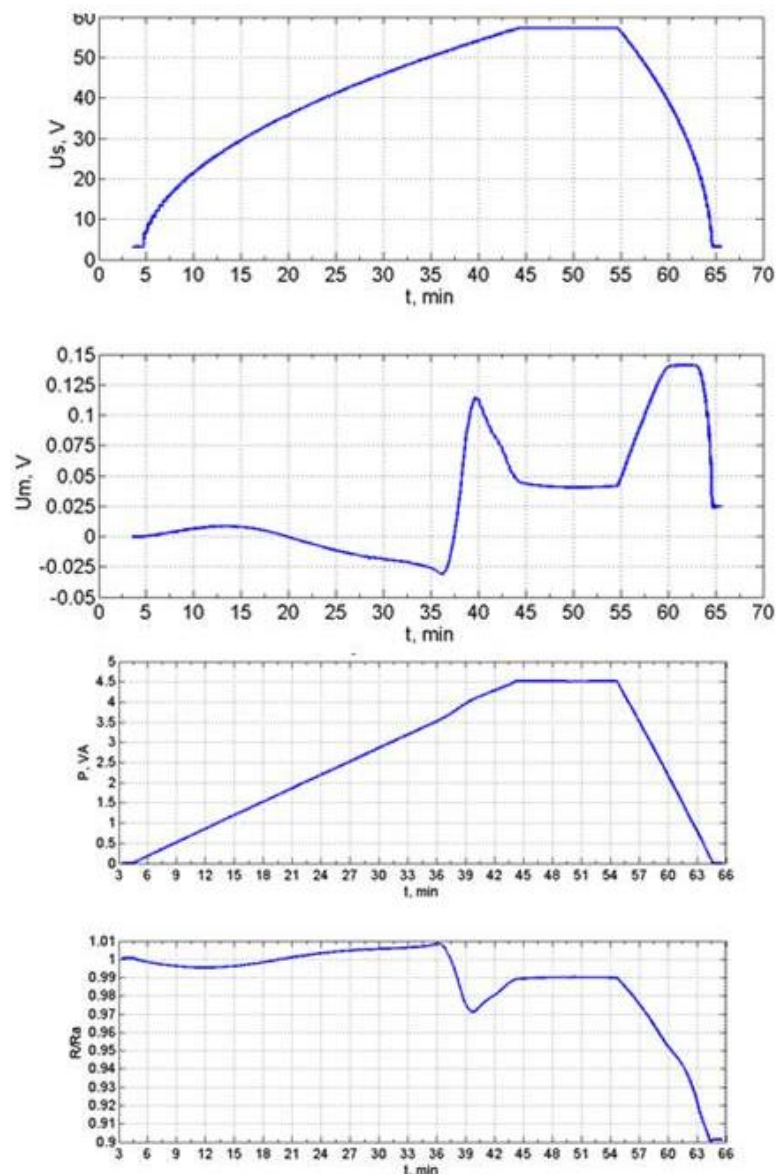


Рисунок 2.13. Характерные временные графики изменения выходных сигналов измерительной системы для управления режимами нагрева и непрерывного контроля электрических параметров микропровода в процессе нагрева: а) управляемое изменение напряжения на мосте U_s ; б) изменение напряжения небаланса моста U_m , соответствующее изменению U_s ; в) рассчитанная мощность нагрева, прикладываемая к микропроводу; г) рассчитанное относительное изменение сопротивления микропровода [77].

В работе [79] представлены результаты сравнительных исследований свойств аморфных ферромагнитных микропроводов состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ в ходе термической обработки в обычной печи и методом Джоулева нагрева. Было установлено, что электрическое сопротивление аморфного микропровода может необратимо изменяться во время отжига и эти изменения могут являться индикатором состояния микропровода. При этом, полностью кристаллизованный микропровод характеризуется линейной температурной зависимостью сопротивления $R(T)$, которая может быть использована для определения температуры микропроводов той же серии при Джоулевом нагреве.

На рисунке 2.14. приведена температурная зависимость изменений сопротивления образца микропровода при нагреве в печи. Как следует из представленных данных, в области от комнатной температуры до ~ 500 С величина сопротивления микропровода изменяется в пределах 1% от исходной величины. В области температур двустадийного процесса кристаллизации, сопротивление микропровода испытывает скачкообразные изменения. Рост сопротивления, резкое падение и новый замедленный рост хорошо коррелируют по температуре с первым и вторым пиками кристаллизации, наблюдаемыми на ДСК кривых. После достижения температуры 600 С и завершения процесса кристаллизации, температурная зависимость сопротивления микропровода существенно изменяется. В процессе охлаждения сопротивление линейно уменьшается и при комнатной температуре его величина снижается на 13% по сравнению с исходным значением. Повторные температурные измерения показывают, что сопротивление микропровода полностью повторяет ход нижней ветви зависимости $R(T)$ на рисунке 2.14. Наклон температурной зависимости сопротивления нижней ветви определяет величину температурного коэффициента сопротивления (ТКС) кристаллизованного микропровода. В нашем случае величина ТКС $\alpha = 315 \cdot 10^{-6} \text{ 1/ } ^\circ\text{C}$.

На рисунке 2.15 представлена зависимость сопротивления микропровода от выделяемой в нем тепловой мощности в ходе первого отжига до полной

кристаллизации. Верхняя часть графика на рисунке 2.15 соответствует нагреву микропровода при увеличении приложенной мощности (за счет увеличения напряжения моста U) до максимального значения 4.2 Вт. При небольших значениях мощности, от 0 Вт - 0.8 Вт, наблюдается снижение сопротивления. При увеличении мощности сопротивление микропровода медленно возрастает. В диапазоне значений от 3.0 Вт до 3.4 Вт наблюдается резкое падение сопротивления, сменяющееся ростом вплоть до максимального значения прикладываемой мощности, 4.2. Вт. Выдержка микропровода при максимальной мощности нагрева ~ 4.2 Вт в течение 20 минут не приводит к изменениям сопротивления.

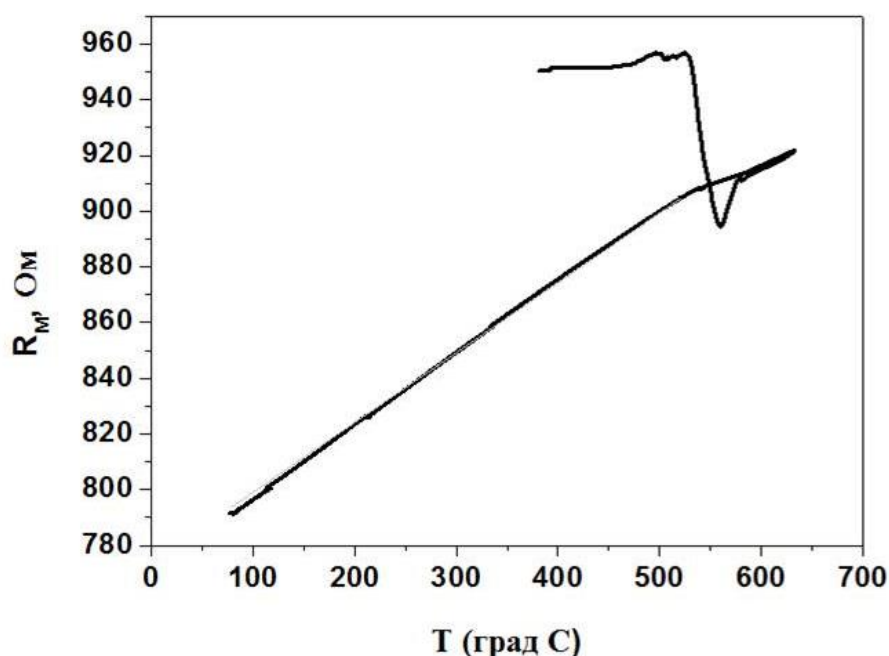


Рисунок 2.14. Зависимость сопротивления микропровода от температуры при нагреве в печи. Величина ТКС $\alpha = 315 \cdot 10^{-6}$ 1/ С.

При охлаждении за счет уменьшения приложенной мощности (нижняя часть кривой графика на рисунке 2.15), сопротивление микропровода монотонно падает. После охлаждения микропровода до комнатной температуры полное изменение сопротивления достигает примерно 13 % относительно исходного значения. Хорошая корреляция между изменениями сопротивления

микропровода, полученными при отжиге в обычной печи и в процессе Джоулева нагрева подтверждает сопоставимость обоих методов термической обработки.

Существенно, что температурная зависимость сопротивления микропровода, подвергнутого термической обработке при больших мощностях нагрева (свыше 4.0 Вт), стабилизируется и остаётся неизменной в последующих циклах нагрева и охлаждения. Данная особенность делает кристаллизованные микропровода перспективными для применения в качестве термометров сопротивления при условии предварительного определения их ТКС.

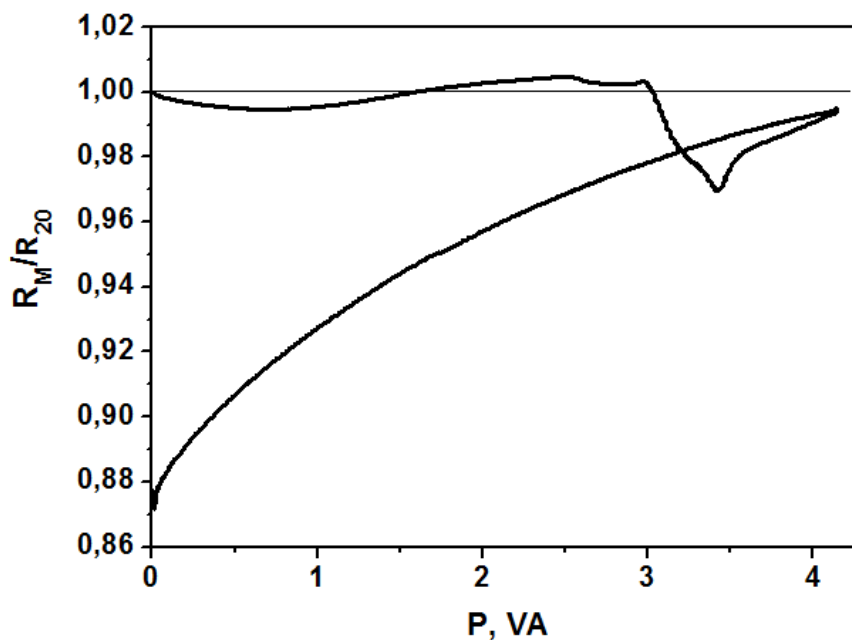


Рисунок 2.15. Изменение относительного сопротивления микропровода в зависимости от мощности в процессе первого полного Джоулева нагрева.

Используя полученное при отжиге в печи значение ТКС, мы преобразовали относительные изменения сопротивления кристаллизованного микропровода (спадающая часть кривой на Рисунке 2.15) от приложенной мощности в температуру T в соответствии с формулой:

$$T = [R_M(P_M) / R_{MR} - 1] / \alpha + T_0, \quad (2.5)$$

где: R_M - сопротивление микропровода при Джоулевом нагреве, R_{MR} – номинальное сопротивление микропровода при $T_0 = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\alpha = 315\text{ ppm/}^{\circ}\text{C}$ – ТКС микропровода. Зависимость между мощностью P_M , выделяемой в микропроводе от тока нагрева, и его температурой T может быть преобразована путем простой нелинейной регрессии в аналитическое выражение в виде полинома n -ой степени (калибровочную характеристику). Найденная в нашем случае калибровочная характеристика зависимости температуры от мощности нагрева исследуемого микропровода $T = f(P_M)$ имеет вид:

$$T = 30.62 + 313.7 \cdot P_M - 73.71 \cdot P_M^2 + 7.793 \cdot P_M^3 \quad (2.6)$$

Графики зависимости температуры микропровода от мощности нагрева, построенные в соответствии с выражением (2.5) и на основе калибровочной характеристики (2.6), приведены на рисунке 2.16.

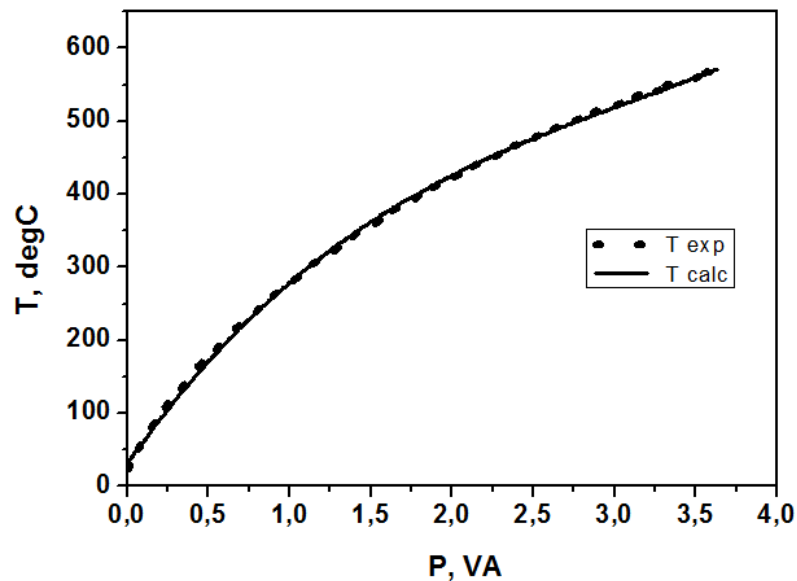


Рисунок 2.16. Графики зависимости температуры нагрева микропровода от приложенной тепловой мощности. Символами показан график, построенный по экспериментальным данным в соответствии с (1), сплошной линией – график, построенный по калибровочной характеристике (2).

Калибровочная характеристика $T(P_M)$, показанная на рисунке 2.16 сплошной линией, подтверждает хорошее совпадение экспериментального и аппроксимирующего графиков для микропроводов прошедших полную стадию кристаллизации.

Уравнение (2.3) фактически отражает уравнение теплового баланса и характеризует перераспределение тепла, выделяемого от мощности нагрева P_M , на две части: а) тепло, выделяемое в микропроводе и б) тепло, рассеиваемое в результате теплообмена с окружающей средой. С повышением температуры микропровода увеличивается величина отводимого в окружающую среду тепла и рост кривой $T(P_M)$, по мере увеличения мощности нагрева, замедляется.

Таким образом, использование кристаллизованного микропровода позволяет косвенным путем определять температуру образцов микропроводов того же типа при Джоулевым нагреве. Для этого, в ходе проведения калибровочных испытаний, кристаллизованный микропровод с известным ТКС необходимо поместить в заданные условия и измерить зависимость $R(P_M)$ в процессе Джоулева нагрева. На ее основе, используя выражение (2.2) и полиномиальное приближение типа (2.6) определить зависимость $T(P_M)$. Данная зависимость является калибровочной характеристикой для определения температуры одинаковой серии микропроводов находящихся в одинаковых условиях при их Джоулевым нагреве.

2.3.6 Порошковая (на просвет) рентгеновская дифракция с применением источника синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов»

Для исследования процессов кристаллизации в аморфных ферромагнитных микропроводах применялся метод порошковой рентгеновской дифракции (ПРД) с источником синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов». Эксперименты выполнялись в геометрии Дебая — Шеррера в режиме «на просвет», что

позволило детально анализировать структурные изменения в материале. Данный метод был разработан в рамках проекта РФФИ 20-19-00607 и его описание было представлено в отчете проекта [80] и детально описано проводимых экспериментов дано в [81].

Ключевым преимуществом использованного подхода стала возможность изучения единичного отрезка микропровода длиной 14–15 см. Исследования проводили по двум взаимодополняющим методикам:

- методика 1 (*ex situ*), в которой дифракционные измерения выполнялись непосредственно после завершения термической обработки образцов. Это позволяло фиксировать конечное фазовое состояние материала и оценивать результат воздействия заданных температурных режимов;

- методика 2 (*in situ*), здесь исследование структуры осуществлялось в процессе непрерывного нагрева образца в специальном держателе. Такой подход давал возможность отслеживать кинетику кристаллизации и выявлять промежуточные фазы, формирующиеся при постепенном повышении температуры.

Образец микропровода фиксировался в функциональном держателе «ДОТ-1», разработанном специально для данных экспериментов и устанавливался перпендикулярно оси синхротронного пучка, что обеспечивало оптимальную геометрию взаимодействия излучения с образцом. Для детектирования дифракционных сигналов использовалась локализованная часть пучка сфокусированная на участке образца размером 400 мкм. Схема эксперимента и расположение образца представлены на рисунке 2.17 [80,81], а технические особенности держателя «ДОТ-1» описаны в работах [82, **Ошибка! Источник ссылки не найден.**].

Регистрация дифракционных картин выполнялась с помощью двумерного позиционно-чувствительного детектора «SX165» (фирма Rayonix) [84]. В эксперименте использовалось монохроматическое излучение с длинами волн $\lambda = 0,74 \text{ \AA}$ и $\lambda = 0,79 \text{ \AA}$. Двумерные дифракционные картины, полученные при

времени экспозиции 1–2 минуты, с помощью специализированного программного обеспечения преобразовывались в зависимости интенсивности от угла рассеяния $I(2\theta)$.

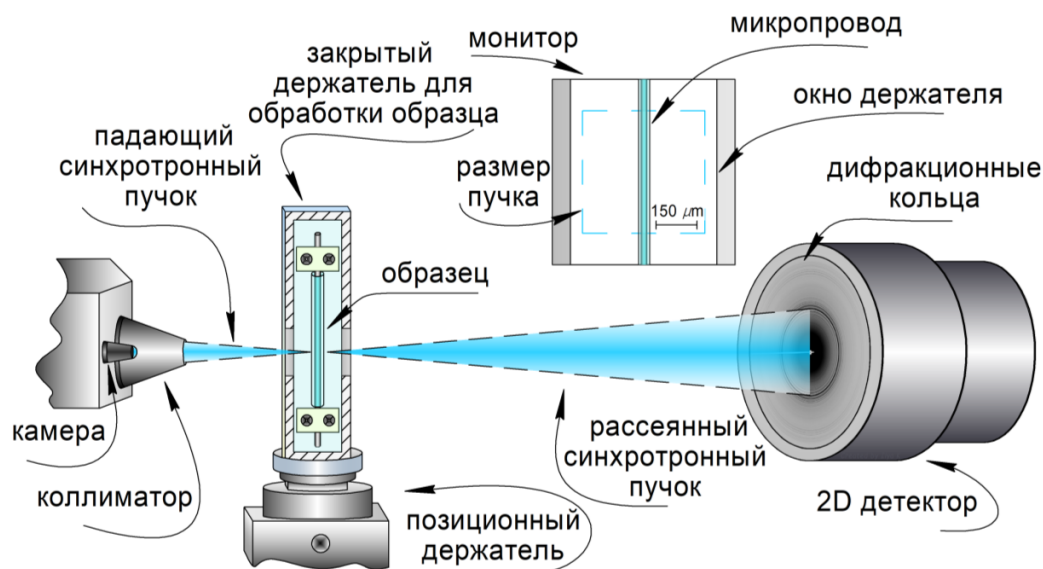


Рисунок 2.17. Метод порошковой рентгеновской дифракции (на просвет) с использованием синхротронного излучения на установке «КИСИ-Курчатов» по методике 2 (*in situ*) [81].

В ходе выполнения *in situ* исследований (методика 2) единичный отрезок микропровода нагревался постоянным током по неизотермическому режиму: со скоростью 2,5 °C/мин до температуры 550 °C с помощью автоматизированной системы отжига и контроля сопротивления образцов (описана в разделе 2.3.5). Запись дифракционных картин осуществлялась с интервалом в 1 минуту, что позволяло детально отслеживать эволюцию структурно-фазового состояния образца в ходе термического воздействия.

При измерениях падающий пучок ($\lambda = 0,74 \text{ \AA}$) проходил через держатель, рассеивался на микропроводе и далее регистрировался 2D-детектором «SX165». Держатель «ДОТ-1» имел закрытую конструкцию что минимизировало влияние окружающей среды на результаты эксперимента. Держатель также обеспечивал снятие необходимых электрических параметров образца в процессе

термообработки и функцию преднапряжения микропровода за счёт чего исключалось провисание микропровода от оси, что критически важно для стабильности геометрии эксперимента и точности измерений.

Типичные одномерные дифрактограммы, отражающие структурно-фазовые состояния микропроводов на разных стадиях термической обработки, представлены на рисунке 2.18.

2.3.7 Сканирующие магнитные методы

В настоящее время разработаны и активно используются на практике различные сканирующие магнитные методы. В зависимости от типа магнитного датчика, данные методы различаются по уровню магнитной чувствительности, пространственным разрешением и видом внешних воздействий [20, 85]. Их принцип работы заключается в перемещении датчика вблизи поверхности исследуемого образца, измерении нормальной компоненты магнитного поля у поверхности и получении двумерных или трехмерных изображений магнитного поля над образцом. В разделе представлено описание сканирующего ГМИ-магнитометра [87], используемого для исследования магнитных полей рассеяния аморфных ферромагнитных микропроводов.

В разделе 1.5. был кратко рассмотрен сканирующий ВТСП СКВИД-магнитометр, в котором в качестве магнитного датчика используется миниатюрный высокотемпературный СКВИД азотного уровня охлаждения (температура 77 К) [85]. Основным недостатком метода сканирующей ВТСП СКВИД-магнитометрии является необходимость охлаждать образец до температуры кипения жидкого азота. Поэтому было предложено, в качестве магнитного чувствительного элемента для регистрации магнитных полей над образцом, использовать миниатюрный магнитный ГМИ-датчик, в котором, чувствительным элементом является отрезок микропровода с циркулярной

магнитной анизотропией [88]. В ходе данного исследования был разработан миниатюрный ГМИ-сенсор, на основе которого был разработан сканирующий ГМИ-магнитометр [87].

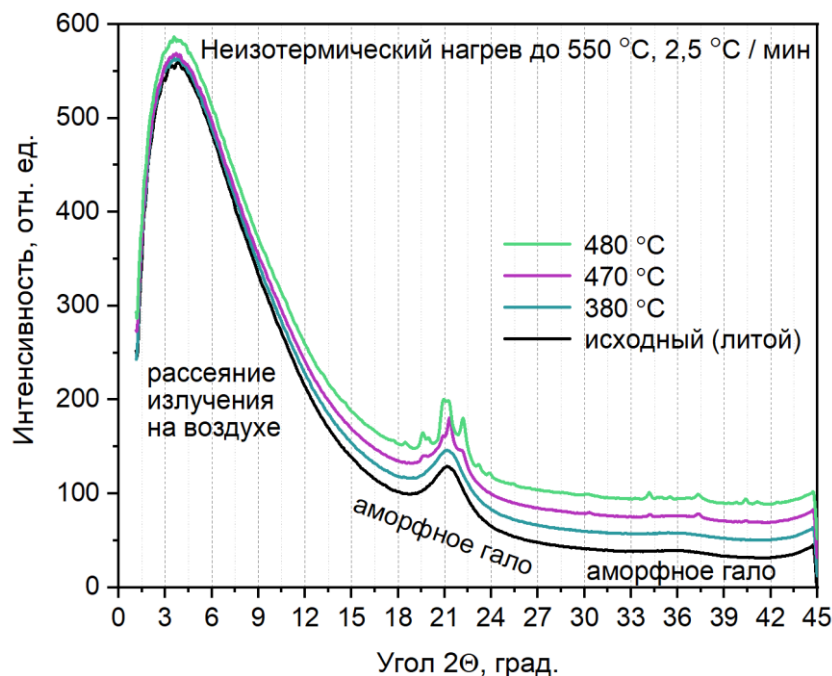


Рисунок 2.18. Характерные дифрактограммы, полученные с использованием источника синхротронного излучения: черная кривая исходный (литой) микропровод с аморфными гало; голубая кривая, нагрев до 380 °C, нет видимых изменений; фиолетовая кривая, нагрев до 470 °C, появление первых рефлексов от двух фаз; зеленая кривая, нагрев до 480 °C, появление рефлексов от пяти фаз. [81].

Структурная схема сканирующего ГМИ-магнитометра приведена на рисунке 2.19 [89]. Основными составными частями данного магнитометра, определяющими его характеристики являются ГМИ-датчик и немагнитная сканирующая система.

Датчик сканирующего ГМИ-магнитометра был изготовлен на основе отрезка 5 мм аморфного ферромагнитного микропровода на основе Co, покрытого стеклянной оболочкой. Магнитный кор микропровода имел диаметр $\sim 20 \mu\text{m}$ и состав Co-Fe-Cr-Si-B. На микропровод была намота миниатюрная приемная катушка диаметром 0.5mm и длиной 4mm. Возбуждение микропровода осуществлялось синусоидальным током амплитудой 1 mA, частотой 4 MHz.

Индукцируемый в приемной катушке сигнал регистрировался с помощью электронной схемы, содержащей возбуждающий генератор, усилители и синхронный детектор и цепь обратной связи. Калибровка ГМИ-магнитометра проводилась в однородном магнитном поле в кольцах Гельмгольца. Измеренный передаточный коэффициент ГМИ-сенсора составил 0.5 В/1 мГс. Полный диапазон измерений ГМИ-магнитометра составлял ± 50 мГс.

Для измерения локальных магнитных полей вблизи поверхности образца использовался немагнитный X-Y-сканер. ГМИ-сенсор закреплялся на специальном подвижном держателе в вертикальном положении (параллельно оси Z) на фиксированном расстоянии h относительно поверхности исследуемого образца, в пределах 0.2–0.5 мм. При проведении измерений подвижный держатель с ГМИ-датчиком мог перемещаться с помощью шаговых двигателей относительно исследуемого образца вдоль X-Y направлений. Максимальный размер площади сканирования составлял 150 * 150 мм, минимальный шаг сканирования по X, Y направлениям составлял 0.1 мм. В процессе сканирования производилась запись величины Z-компоненты магнитной индукции, в зависимости от координаты X, Y вблизи поверхности образца. Для устранения влияния магнитного поля Земли (~ 500 мГс) и магнитных полей сетевых помех 50 Гц (~ 5 мГс), измерения проводились внутри магнитного экрана из пермаллоя, обеспечивающего экранировку постоянных и низкочастотных магнитных полей более чем в 500 раз. Дополнительно, для подмагничивания образцов в систему была включена система колец Гельмгольца, позволяющая создавать продольные магнитные поля в диапазоне ± 10 Э. При этом, ориентация ГМИ-сенсора была перпендикулярна создаваемому магнитному полю. Разработанное специализированное программное обеспечение [90] обеспечивает поточечную регистрацию локальных магнитных полей рассеяния и формирует количественные изображения магнитных полей исследуемых объектов. Разработанный сканирующий ГМИ-магнитометр использовался для изучения

распределения намагниченности и поведения концевых доменных стенок в отрезках аморфных ферромагнитных микропроводов.

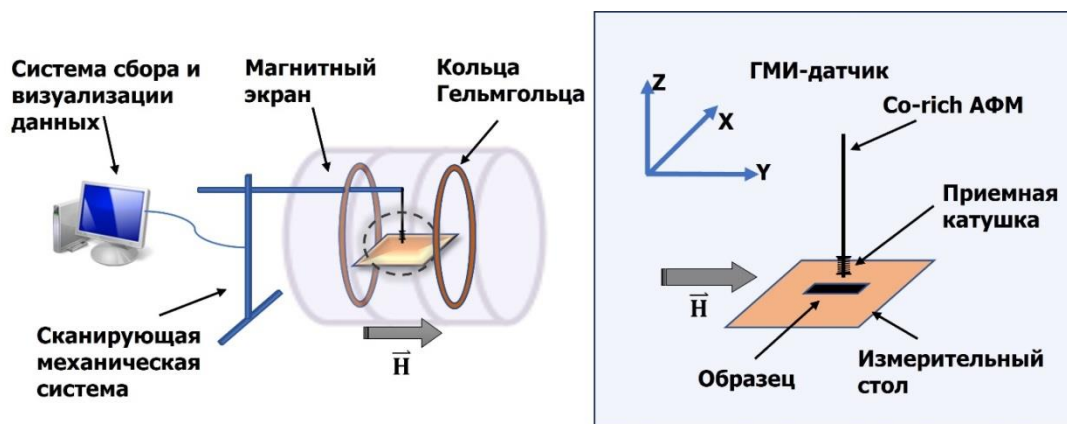


Рисунок 2.19 – Структурная схема сканирующего ГМИ-магнитометра. Вставка показывает взаимное расположение исследуемого образца и ГМИ-сенсора при сканировании [89].

2.4 Выводы по главе 2

1. Отработана технология изготовления методом Улитовского- Тейлора покрытых стеклянной оболочкой аморфных ферромагнитных микропроводов с составом металлической жилы на основе Co.

2. Разработана методика и изготовлена экспериментальная установка для контролируемой термообработки микропроводов с использованием Джоулева нагрева и одновременной регистрации текущего значения сопротивления. Методика позволяет контролируемым образом воздействовать на свойства микропроводов после их изготовления.

3. Разработана методика и изготовлена экспериментальная установка (индукционный магнитометр), предназначенная для измерения динамических петель гистерезиса аморфных ферромагнитных микропроводов в полях подмагничивания ± 8 Э.

4. Разработана методика и изготовлена экспериментальная установка (вибрационный магнитометр), предназначенная для измерения стационарных петель гистерезиса аморфных ферромагнитных микропроводов в полях подмагничивания ± 200 Э.

5. Разработана методика и изготовлена экспериментальная установка для измерения малоуглового вращения вектора намагниченности аморфных ферромагнитных микропроводов, позволяющая определять константу магнитострикции и внутренние закалочные напряжения аморфных ферромагнитных микропроводов.

6. Разработаны методики и изготовлены экспериментальные установки, предназначенные для измерения диагональной циркулярной компоненты и недиагональной компоненты тензора магнитоимпеданса аморфных ферромагнитных микропроводов.

7. Разработаны методики и изготовлены экспериментальные установки (сканирующие ВТСП СКВИД-магнитометр и ГМИ-магнитометр). Возможности разработанных методов позволяют исследовать распределения локальных магнитных полей рассеяния отрезков аморфных ферромагнитных микропроводов при их перемагничивании в продольных магнитных полях.

Глава 3. Изготовление, характеристики и модификация свойств аморфных ферромагнитных микропроводов

В данной главе приводятся результаты исследований изготовленных в НИТУ МИСИС серий покрытых стеклянной оболочкой аморфных микропроводов состава Fe-Co-Cr-Si-B. Варьируя состав, режимы изготовления и дополнительную термообработку методом контролируемого Джоулева нагрева были получены микропровода с микропровода с определенными свойствами. Проведение комплексных исследований изготовленных микропроводов, включающих индукционный метод, метод малоуглового вращения вектора намагниченности, сканирующей ГМИ-магнитометрии и измерения ГМИ-характеристик, позволило наиболее полно охарактеризовать свойства микропроводов, что важно при их дальнейшем практическом использовании.

3.1 Особенности изготовления и свойства аморфных ферромагнитных микропроводов состава Fe-Co-Cr-Si-B

3.1.1 Изготовление аморфных ферромагнитных микропроводов состава $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ с содержанием Cr 0 – 8 % ат.

В процессе исследований был проведен анализ наиболее распространенных сплавов, характеризующихся наилучшими магнитомягкими свойствами и максимальной величиной ГМИ-эффекта. На основе проведенного анализа были выбраны сплавы составов: $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{Cr}_2\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, $\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Cr}_6\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, $\text{Co}_{65}\text{Fe}_4\text{Cr}_8\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, характеризующиеся высокой стеклообразующей способностью и содержанием Cr от 0 до 8 %. Составы сплавов выбирались на основе формулы $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ путем замещения части Co на

Cr ($x = 0 - 8$), при постоянной доле содержания аморфизаторов Si и B. Получение прекурсоров заданного состава проводилось по схеме: Шихтовка → Сплав → Электроэрозионная резка → Удаление поверхностного слоя в серной кислоте → Измельчение → Плавка прекурсоров. Изготовление прекурсоров проводилось методом вакуумной индукционной плавки в атмосфере аргона, с использованием материалов коммерческой чистоты (содержание основного компонента не ниже 99,8 %). Бор вводился в состав сплава в виде лигатур Co + 6,8 % B и Fe + 17 % B. При подготовке прекурсоров шихта, массой 80 граммов, расплавлялась в дуговой печи Arcast Arc 200 в медном охлаждаемом тигле, в атмосфере аргона. Однородность расплава достигалась за счет магнитного перемешивания. Полученные слитки сплава разрезались на небольшие сегменты (массой до 5 г) электроэрозионным методом резки металла. В качестве тигля использовалась кварцевая трубка, запаянная с одной стороны. Литье прекурсоров проводилось в вакуумной индукционной печи Vacuum Melt Spinner DX-II в атмосфере аргона. Получившийся расплав отливался под давлением в медную изложницу. После остывания расплава из изложницы извлекался прекурсор в виде стержня диаметром 4 мм и длиной 60 мм.

Выбор определенных параметров технологического процесса литья микропроводов зависит от состава сплава прекурсора, его температуры плавления и как правило подбирается экспериментальным путем. Для обеспечения дополнительного контроля температуры капли расплава, формируемой из прекурсора в процессе литья микропровода на установке ITMF-3, использовался высокотемпературным инфракрасным пирометром Testo 835-T2 с диапазоном измерения температуры до плюс 1500 °C. Были проведены серии экспериментов по получению микропроводов при различных технологических параметрах, включающих: мощность индуктора, температуру капли расплава, скорость подачи стеклянной трубки и скорость смотки микропроводов. Контрольным параметром при литье микропровода являлось погонное сопротивление. После отладки технологических режимов, были отлиты наборы серий микропроводов указанных

выше составов. В каждой серии изготовленных микропроводов содержалось от 500 до 1000 отрезков длиной ~ 13 см.

3.1.2 Магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов с разным содержанием Cr

Контроль характеристик изготовленных микропроводов с различным содержанием Cr в исходном состоянии проводился по геометрическим размерам, удельному сопротивлению и электромагнитным свойствам. Образцы каждой серии подвергались первичному тестированию по следующим параметрам (5-10 отрезков каждой серии):

- тест на пластичность (способность к формированию полного узла);
- погонное сопротивление отрезка микропровода длиной 10 см;
- динамические магнитные петли гистерезиса.

Образцы микропроводов имевших повышенную хрупкость, большое сопротивление или высокое поле анизотропии отбраковывались. Оставшиеся наборы микропроводов направлялись на дальнейшие исследования. Из прошедших первичное тестирование серий микропроводов для последующих температурных, структурных и магнитных исследований отбирались более 100 отрезков образцов с разбросом сопротивления, не превышающим 5% от среднего значения. В зависимости от решаемой задачи проводились комплексные исследования характеристик микропроводов, которые могли включать:

- электронную микроскопию (диаметры жилы и стеклянной оболочки);
- рентгеноструктурный анализ (аморфность);
- ДСК анализ (стадии кристаллизации),
- измерение магнитоимпедансных характеристик (величина ГМИ-отклика, стабильность характеристик по длине);
- измерение кривых малоуглового вращения вектора намагниченности (величина поля анизотропии, константы магнитострикции);

- термообработку Джоулевым нагревом (температурные свойства);
- структурный анализ с использованием синхротронного излучения (микроструктура);
- измерение магнитных полей рассеяния (магнитная доменная структура).

Методом сканирующей электронной микроскопии были проведены измерения полных диаметров и диаметров металлической жилы отобранных микропроводов, которые характеризовались значениями $D = 26 \pm 3$ мкм и $d = 18 \pm 4$ мкм, соответственно. Рентгеноструктурный анализ показал наличие аморфной структуры во всех образцах.

Анализ динамических магнитных петель гистерезиса микропроводов с разным содержанием Cr после изготовления показал, что они могут характеризоваться как квазилинейными петли гистерезиса (Cr0, Cr2, Cr4), так и бистабильными петлями (Cr6, Cr8). В качестве примера на рисунке.3.1. приведены динамические петли образцов разных составов. Видно, что увеличение содержания Cr приводит к уменьшению поля анизотропии. Магнитоимпедансные исследования показали, что в исходном состоянии максимальный магнитоимпедансный отклик, выше 100 %, наблюдался только у микропроводов с содержанием хрома 4%. По этой причине дальнейшие исследования микроструктуры и влияния термообработки на магнитные свойства были проведены на сериях данного состава. В тоже время, термообработка микропроводников других серий так же приводила к значительному улучшению их гистерезисных и магнитоимпедансных характеристик. Основные параметры микропроводов на основе Co с различным содержанием Cr в исходном состоянии (до термообработки) приведены в Таблице 3.1.

Таблица 3.1. Параметры микропроводов на основе Co с различным содержанием Cr.

Название образца	Состав	Диаметр жилы d, μm	Диаметр полный D, μm	Погонное сопротивление, Ом/м	Поле анизотропии, Э	Амплитуда ГМИ отклика, $Z_{\text{фф}}$, %
Cr0	$\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	16,79	31,58	5860	22	10
Cr2	$\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{Cr}_2\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	18,92	30,68	4280	8	70
Cr4	$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	18,2	34,4	4340	5,5	120
Cr6	$\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Cr}_6\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	19,52	28,38	4230	(-)1,8	-
Cr8	$\text{Co}_{65}\text{Fe}_4\text{Cr}_8\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	17,22	29,69	5480	(-)2,4	-

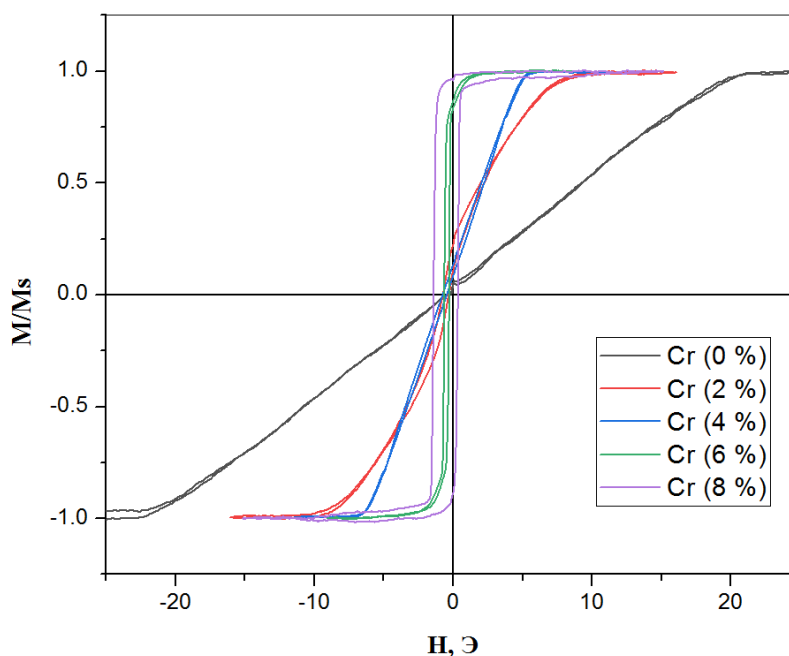


Рисунок 3.1. Динамические петли гистерезиса микропроводов на основе Co с содержанием Cr (0%, 2%, 4% 6%, 8% ат).

3.1.3 Электрические свойства ферромагнитных микропроводов с разным содержанием Cr в аморфном состоянии

Перед изучением электрических свойств были проведены измерения ДСК кривых в атмосфере Ar (аргона) в диапазоне температур от 20°C до 600°C со

скоростью нагрева $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$. Изучение методами ДСК анализа влияния количества Cr на температуру кристаллизации аморфных сплавов, показало, что увеличение количества хрома (с 0% до 8 ат.%) повышает температуру начала кристаллизации T_c сплава на 48°C (рисунок 3.2.).

Изучение температурных зависимостей электросопротивления R микропроводов в интервале температур $25^{\circ}\text{C} - 650^{\circ}\text{C}$ при непрерывном Джоулевым нагреве показало хорошую корреляцию ДСК кривых и температурных зависимостей сопротивлений. В области температур ниже начала кристаллизации, в зависимости от содержания хрома температурные зависимости электросопротивления имели ряд существенных отличий.

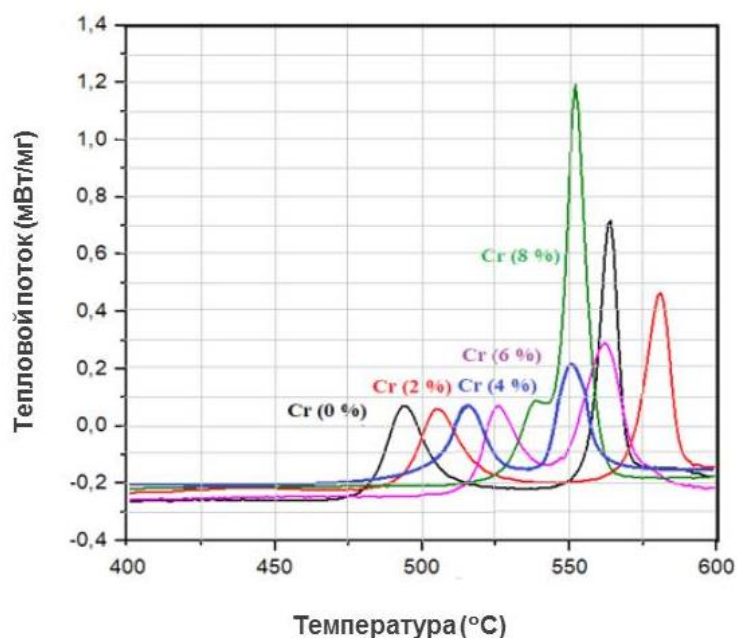


Рисунок 3.2. ДСК кривые микропроводов на основе Co с содержанием Cr (0%, 2%, 4%, 6%, 8% ат). Увеличение количества Cr повышает температуру начала кристаллизации T_c сплава на 48°C .

Характерной чертой исследованных сплавов, содержащих хром, является наличие минимума температурной зависимости электросопротивления микропроводов с содержанием хрома от 4% до 8 %. Этот минимум наблюдается при аномально высоких температурах, заметно превышающих комнатную и близких к температурам Дебая и Кюри, что усложняет описание этого явления.

Следует отметить, что полученные в данном исследовании образцы микропроводов обладали максимальными из известных температур такого минимума (до ~ 300 °C). В настоящее время известно несколько моделей, объясняющих существование минимума: модель кондо-подобного рассеяния; модель, основанная на учете рассеяния электронов на туннельных состояниях (так называемая модель двухуровневых систем TLS) и, наконец, модель конкуренции различных механизмов рассеяния. Обработка и сопоставление полученных результатов с известными литературными данными, позволяет предположить, что в нашем случае наличие минимума связано с конкуренцией различных механизмов рассеяния электронов.

3.1.3.1 Влияние структурной релаксации на электросопротивление

Изучения процесса структурной релаксации микропроводов из аморфных сплавов с различным содержанием хрома было выполнено в рамках Стратегического проекта № СП1 и представлено в отчете [91]. В ходе исследования анализировалось изменение относительного электросопротивления в процессе термоциклирования (см. рисунок 3.3).

Длительности нагрева, выдержки и охлаждения образцов составляли по 20 мин. Нагрев осуществлялся прямым пропусканием электрического тока через микропровод с помощью автоматизированной системы отжига и контроля сопротивления «АКС-2» [92,93]. При термоциклировании амплитуда температуры постепенно увеличивалась от комнатной до температуры начала кристаллизации $T_{кр}$. Температура кристаллизации для сплавов содержащих 0 – 6 ат.% хрома составляет $T_{кр} = 475 - 520$ °C и увеличивается с повышением содержания хрома.

Измерение электросопротивления проводилось одновременно с резистивным нагревом микропровода. В процессе выдержки подводимая к образцу микропровода мощность, а значит, и температура поддерживалась постоянной. Оказалось, что в аморфном сплаве без хрома (образец Cr0) заметного

изменения r после отжигов до 410 °С практически не происходит (сначала незначительно понижается, затем повышается в пределах 0,1 %). В аморфных сплавах содержащих 2 ат.% хрома и более электросопротивление заметно увеличивается после нагрева свыше 160 °С. В условиях эксперимента это увеличение носит необратимый характер. Появляется гистерезис кривой зависимости $r(T)$ из-за протекания релаксационных процессов, которые приводят к увеличению остаточного электросопротивления r_{300} при 300 К по сравнению с исходным состоянием литого микропровода максимально на 1,25 % ($\Delta r_{300} = 0,0032, 0,0105, 0,0125$ соответственно для 2, 4, 6 ат.% хрома) (Таблица 3.2) [92]. Увеличение содержания хрома в сплавах $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, когда часть атомов основного металла кобальта замещается атомами хрома, сопровождается увеличением и остаточного удельного сопротивления ρ_{300} .

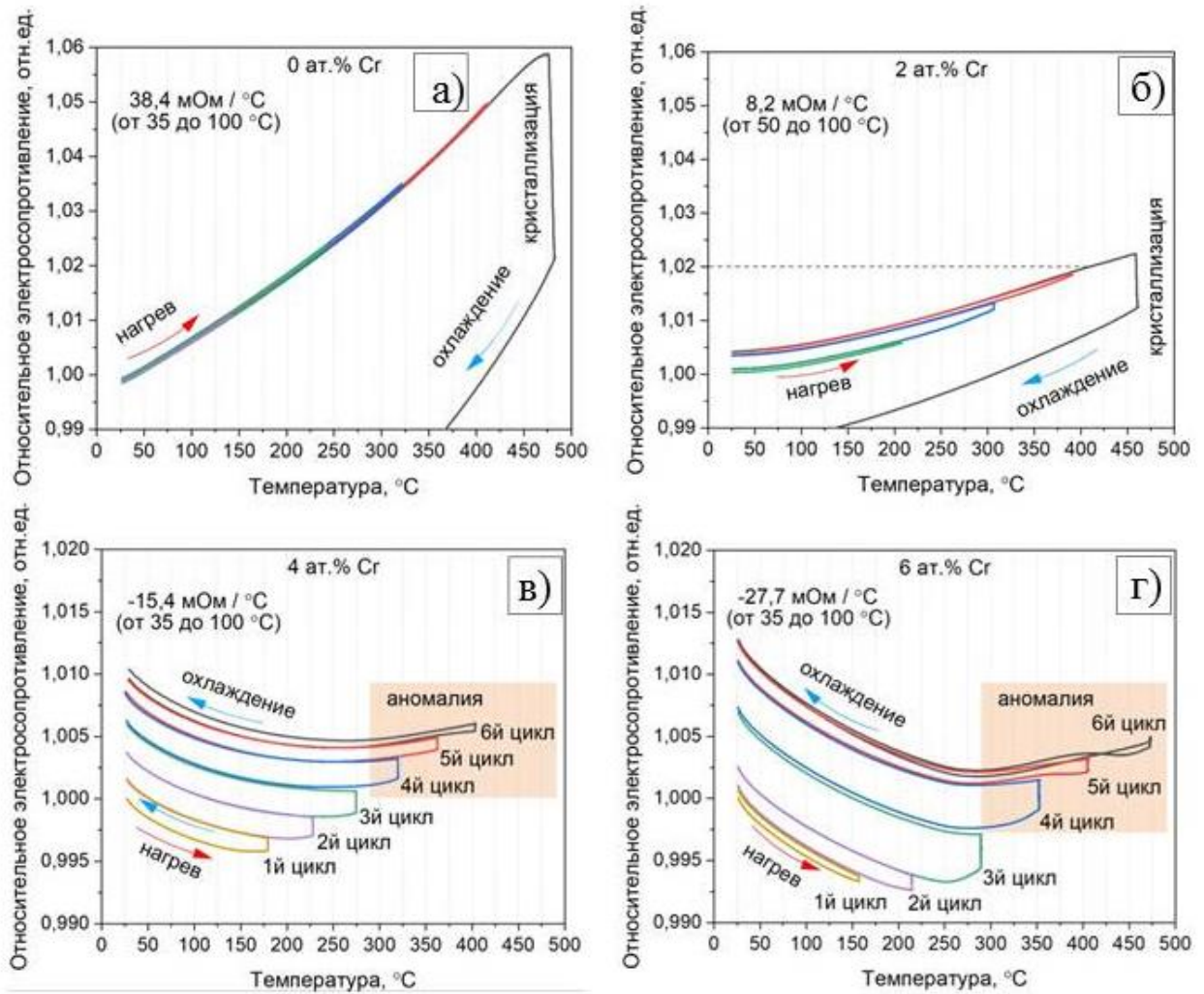


Рисунок 3.3. Изменение относительного электросопротивления $r = R_T / R_{300}$ микропроводов с различным содержанием хрома в процессе термоциклирования с увеличивающимся диапазоном изменения температуры: $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (а); $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{Cr}_2\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (б); $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (в); $\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Cr}_6\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (г). Стрелками отмечены направления изменения температуры, а прямоугольными областями оранжевого цвета показаны аномальные изменения электросопротивления вследствие описанного ниже кроссовер-эффекта [92]

При повторном отжиге микропроводов без увеличения температуры кривые $r(T)$ практически совпадали. Продолжение процесса релаксации наблюдалось только при повышении температуры выше максимального значения предыдущего цикла и сопровождалось ростом сопротивления и повышением минимальной температуры $T_{\text{мин.}}$.

Таблица 3.2 – Удельное электросопротивление ρ_{300} при 300 К и его увеличение после полной релаксации

Исследуемые сплавы (Образцы)	$\rho_{300}, \times 10^{-6},$ Ом·м	Увеличение r_{300} при релаксации, %
$\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr0)	1,14	< 0,15
$\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{Cr}_2\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr2)	1,26	0,36
$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr4)	1,38	1,05
$\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Cr}_6\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr6)	1,39	1,25

Известно, что структурная релаксация осуществляется двумя путями: за счет необратимого топологического (геометрического) ближнего упорядочения, или TSRO, сопровождающегося выходом свободного объема в результате аннигиляции различных типов «замороженных» дефектов, а также за счет химического (композиционного) ближнего упорядочения, или CSRO, которое происходит при большей температуре и может носить как необратимый, так и обратимый характер [94]. При TSRO атомные конфигурации в пределах ближайшей координационной сферы существенно не изменяются. Этот процесс характеризуется одной энергией активации. В отличие от него процесс CSRO имеет широкий спектр энергий активации и может происходить одновременно обратимым и необратимым образом с различными энергиями активации [95-97]. В нашем случае частичная параллельность кривых $r(T)$ на рисунке 3.3. в процессе нагрева и последующего охлаждения свидетельствует о преобладании необратимости процесса CSRO в условиях эксперимента.

Следует отметить, что резистивный метод регистрирует низкотемпературную структурную релаксацию в сплавах на основе кобальта при температурах, существенно ниже наблюдавшихся ранее при использовании других косвенных методов. Так изменение магнитных, упругих и механических свойств, связанных с выходом свободного объема, в сплаве с составом близким к

$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ проявлялось в заметной степени только при температурах (200 – 250) °C [92-95].

Известно, что TSRO и выход свободного объема вносят основной вклад в необратимое изменение различных свойств при $T < 250 - 300$ °C [92]. Учитывая сильное влияние хрома на величину повышения сопротивления при релаксации можно предполагать, что увеличение электросопротивления не может быть связано только с этими процессами. А нарушение характера локального окружения атомов хрома при высокой температуре обусловлено релаксацией за счет CSRO. В аморфных сплавах переходных металлов с металлоидами конфигурационная релаксация происходит при $T > 300$ °C [94-96]. Именно поэтому повышение электросопротивления после отжигов выше этой температуры усиливается с увеличением содержания хрома (см. рисунок 3.3.). Наличие хрома в сплаве Co-Fe-M-B-Si, (где М – переходные металлы) не является необходимым условием сильного возрастания сопротивления при высокотемпературном отжиге [92]. Действительно, в сплавах (с Ni и Mo вместо Cr) термообработка также приводит к повышению электросопротивления при комнатной температуре примерно на 1 % [97]. Однако характер изменения $r(T)$ при добавлении этих металлов совсем другой: при $T > 0$ °C температурный коэффициент сопротивления (ТКС) положителен и после термообработки его абсолютная величина не увеличивается, а снижается.

Определяющее влияние легирования хромом сплавов $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ ($x = 0, 2, 4, 6$ ат.%) на характер температурных зависимостей электросопротивления хорошо прослеживается на рисунке 3.4. Видно, что положительное изменение относительного сопротивления с температурой образцов присуще сплавам $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr0) и $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{Cr}_2\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr2), а отрицательное изменение сплавам $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr4) и $\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Cr}_6\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr6). На рисунке прослеживается, что наименьшее изменение относительного сопротивления образцов микропроводов в релаксированном состоянии с температурой имеют сплавы $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{Cr}_2\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ и $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$.

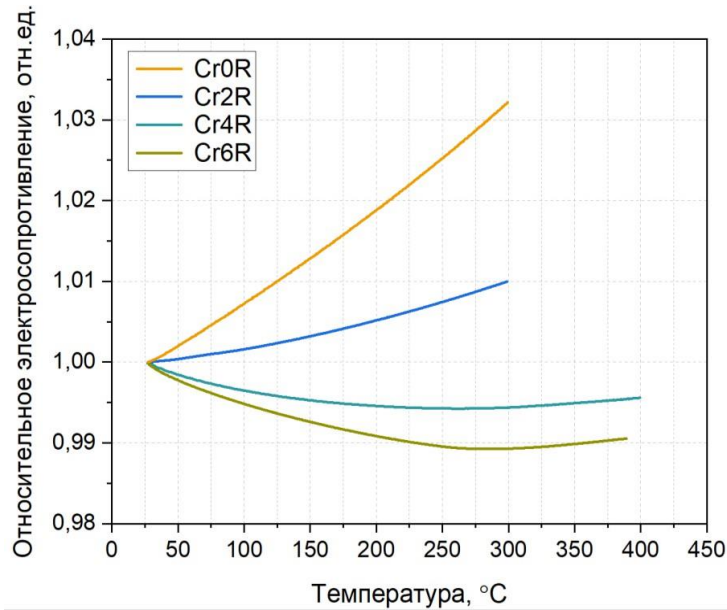


Рисунок 3.4. – Изменение относительного сопротивления с температурой образцов микропроводов разного состава в релаксированном состоянии.

В работах [94-96] показано, что в аморфных сплавах $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ при $T > 300$ °C происходит увеличение энергии активации процесса охрупчивания, что связывается с образованием кластеров. Учитывая наблюдаемое определяющее значение наличия хрома на величину изменения электросопротивления при отжигах можно предположить, что именно атомы этого металла ответственны за образование кластеров и что кластеры состоят в основном из атомов хрома и металлоидов. Это логично, так как энергия парного взаимодействия атомов металлоидов с атомами хрома максимальная среди пар всех других атомов.

Описанный процесс структурной релаксации хорошо соответствуют наблюдаемым изменениям $r(T)$ аморфных сплавов, легированных хромом, как при циклических отжигах, так и при непрерывных нагревах с различными скоростями. Максимальные скорости изменения r , а значит и скорости релаксационного процесса достигаются при 250 – 300 °C (см. рисунок 3.3.). При таких температурах начинается процесс CSRO, а, следовательно, и кластеризация. При непрерывном нагреве исходных микропроводов при $T > 425$ °C релаксационные

процессы во всех исследованных сплавах завершаются (см. рисунок 3.3.). Эта температура соответствует температуре стеклования, которая для сплавов близких к составу $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ известна и составляет порядка 415 – 435 °С.

Увеличение содержания хрома в сплавах $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, когда часть атомов основного металла кобальта замещается атомами хрома, сопровождается увеличением остаточного удельного сопротивления ρ_0 (Таблица 3.2.) и увеличением абсолютного значения отрицательного ТКС в области низких температур (см. рисунок 3.4.). Первый эффект связан с незаполненными $3d$ -оболочками атомов хрома из-за перераспределения части электронов. Это приводит к уменьшению концентрации свободных электронов n , их волнового вектора k_F и подвижности μ . В результате остаточное сопротивление при увеличении концентрации хрома также увеличивается согласно дифракционной модели Фабера – Займана [98-100]. Второй эффект от увеличения количества хрома связан с усилением электронного вклада в электропроводность, который снижает ρ при повышении температуры. Оба эффекта влияния хрома на сопротивление взаимосвязаны и коррелируют согласно работе [101]. Она устанавливает взаимосвязь остаточного сопротивления ρ_0 и ТКС при 0 К для многих аморфных сплавов: ТКС при 0 К уменьшается с увеличением остаточного сопротивления ρ_0 и при $\rho_0 > 140 - 200 \text{ мкОм}\cdot\text{см}$ изменяет знак с «+» на «-».

3.2 Свойства аморфных ферромагнитных микропроводов с составом металлической жилы $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$

Чтобы понять, каким образом технологические режимы изготовления влияют на свойства микропровода, были проведены исследование влияния технологического процесса, диаметра металлической жилы (d) и отношения диаметров металлической жилы к полному диаметру микропровода (d/D) на магнитные свойства микропроводов на основе кобальта. В виду того, что

технологические особенности процесса изготовления микропроводов в стеклянной оболочке не позволяют производить их с фиксированной толщиной стекла, магнитные свойства рассматриваются как функция трех параметров: d , D и d/D . Небольшое изменение хотя бы одного технологического параметра всегда приводит к изменению как диаметра металлической жилы, так и толщины стеклянной оболочки [5].

Исследовались шесть типов микропроводов с составом металлической жилы $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, изготовленных методом Тейлора - Улитовского. Микропровода приготавливались при различных технологических режимах при которых контролировались следующие параметры: мощность индуктора (характеризует температуру капли расплава), скорость подачи стеклянной трубки, скорость смотки микропровода. Было установлено, что для каждого образца микропровода средние диаметры металлической жилы и толщина стеклянной оболочки могут варьироваться на нескольких метрах микропровода, но короткие сегменты, длиной 15-20 см имеют постоянные диаметры. В связи с этим, при измерениях использовались образцы длиной ~ 15 см. Основные отличия режимов изготовления микропроводов и их диаметры приведены в Таблице 3.3 [102].

Магнитные свойства микропроводов были исследованы индукционным методом и методом малоуглового вращения вектора намагниченности. Для всех типов микропроводов были получены значения намагниченность насыщения, константы магнитострикции и остаточных закалочных напряжений.

Таблица 3.3. . Технологические параметры и диаметры микропроводов серии «М».

Образец	Мощность, W	Скорость смотки, м/мин	Скорость подачи стекла, мм/мин	Диаметр жилы, μm	Отношения диаметров d/D
М-2	1178	177	2,7	18,02	0,53
М-4	860	162	2,2	12,54	0,42
М-5	860	162	2,6	13,61	0,46
М-6	860	162	2,0	23,52	0,68
М-7	1030	162	1,8	16,13	0,59
М-8	1178	162	1,8	17,94	0,67

На Рисунке 3.5 приведена диаграмма соотношений между внутренним диаметром металлической жилы и внешней стеклянной оболочкой микропроводов каждой серии.

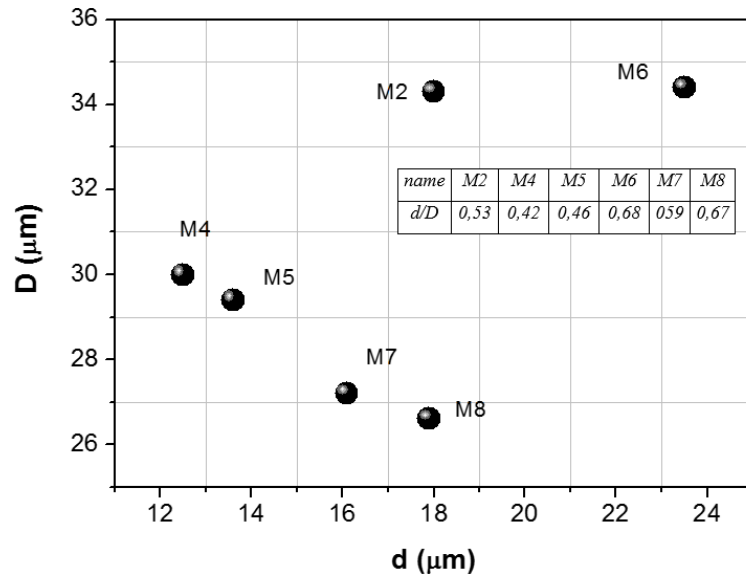


Рисунок 3.5 Диаграмма соотношений между диаметрами металлической жилы и внешней стеклянной оболочки микропроводов разных серий.

Динамические петли гистерезиса были измерены индукционным методом. Результаты измерений показали, что для всех серий микропроводов их магнитные свойства могли отличаться даже на длине 10 – 15 см. Указанные различия были связаны, в основном, с вариациями величины поля анизотропии микропроводов в пределах $\pm 10\%$. Пример изменения величины поля анизотропии на гистерезисных кривых, измеренных в двух точках микропровода на расстоянии ~ 7 см, приведен на рисунке 3.6 Исходя из вышесказанного, в качестве величины поля анизотропии брались средние измеренные значения H_a .

Типичные петли гистерезиса, измеренные индукционным методом, показаны на рисунке 3.7. Как следует из представленных данных, даже при довольно близких параметрах изготовления магнитные свойства микропроводов оказались разными. На рисунке 3.8 приведены значения полей анизотропии для всех серий микропроводов. Видно, что провода M5, M6, M7 демонстрируют

меньшие значения H_a , чем провод M2, хотя они изготовлены в практически одинаковых условиях.

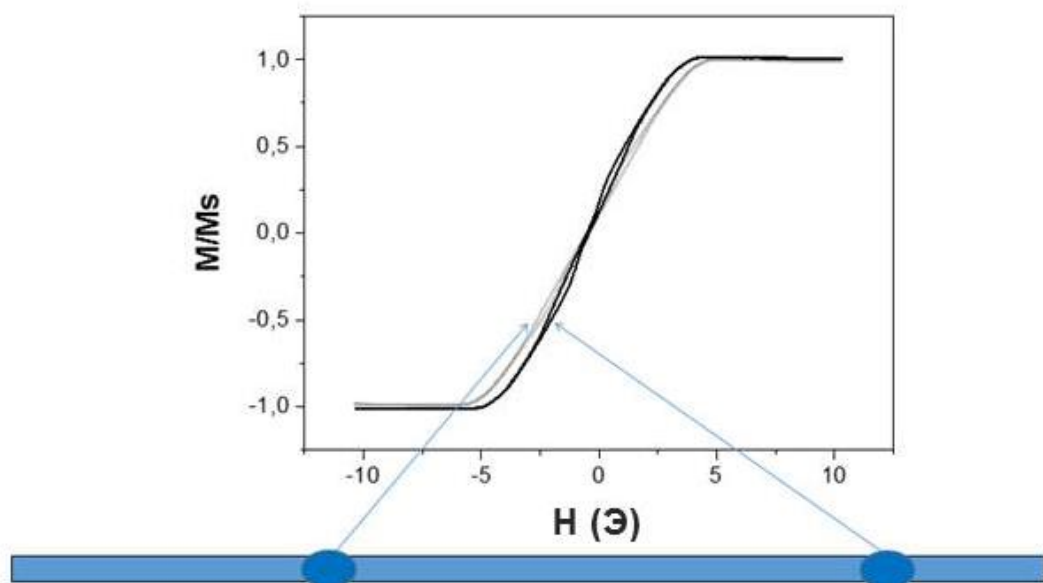


Рисунок 3.6 Кривые гистерезиса, измеренные в двух точках микропровода, расположенных на расстоянии ~ 7 см.

Чтобы понять с чем связан такой значительный разброс поля анизотропии были проведены измерения константы магнитострикции всех серий микропроводов с помощью метода малоуглового вращения вектора намагниченности. Результаты оценки константы магнитострикции приведены на рисунке 3.9. С помощью этого же метода, по методике предложенной в [103], также были рассчитаны закалочные напряжения микропроводов. Результаты расчетов представлены на рисунке 3.10.

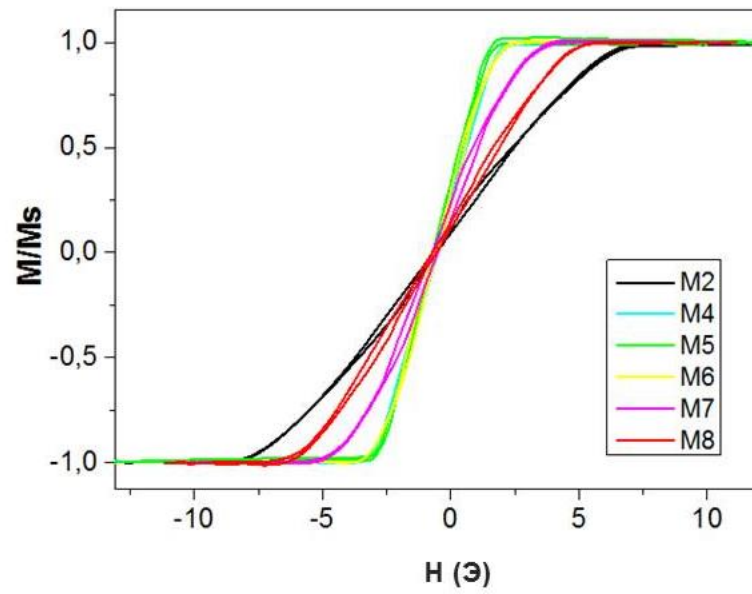


Рисунок 3.7 Динамические петли гистерезиса микропроводов серии «М», изготовленных при различных технологических режимах

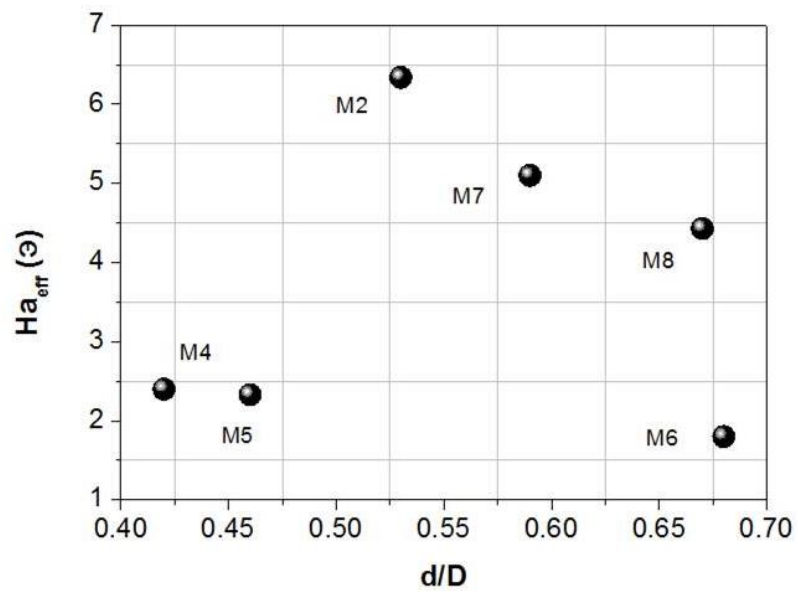


Рисунок 3.8 Значения эффективного поля анизотропии в зависимости от отношения диаметров d/D для разных типов микропроводов.

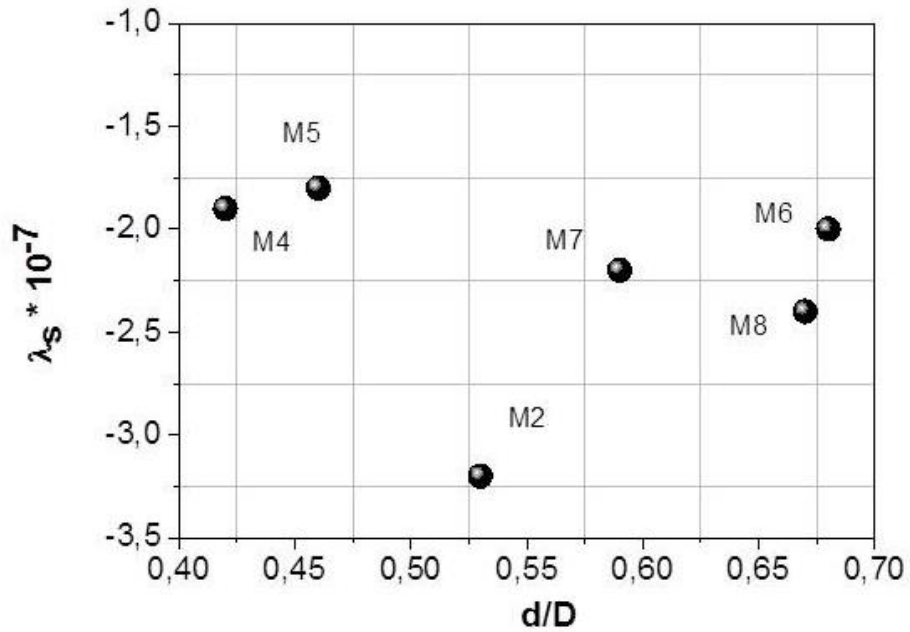


Рисунок 3.9 Значения константы магнитострикции в зависимости от отношения диаметров d/D для разных типов микропроводов.

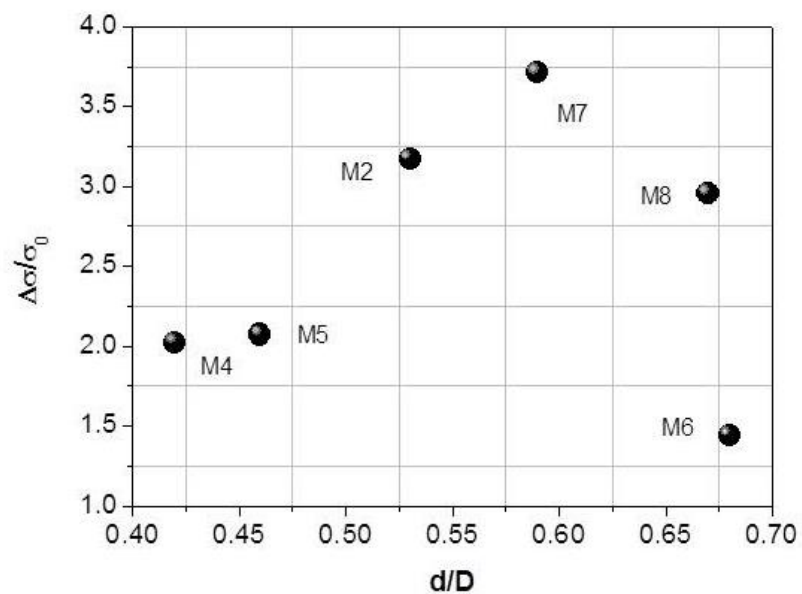


Рисунок 3.10 Значения нормированных внутренних закалочных напряжений в зависимости от отношения d/D для различных типов микропроводов, где $\sigma_0 = 100$ МПа.

Исходя из полученных оценок основных характеристик микропроводов можно отметить следующее. Во-первых, изготовленные микропровода характеризовались значительным разбросом диаметров внутренней жилы (в

пределах 12 – 24 мкм), стеклянной оболочки (в пределах 28 - 35 мкм) и их отношения (в пределах 0.45 – 0.75), рисунок 3.5. Вследствие этого динамические петли гистерезиса различных типов микропроводов значительно отличались по величине поля анизотропии (от 2 до 6.5 Э). Во-вторых, значения константы магнитострикции изготовленных микропроводов имели малые отрицательные значения в пределах ($-1.8 \cdot 10^{-7} \div -3.2 \cdot 10^{-7}$). Причем, за исключением микропроводов типа М7, значения константы магнитострикции лежат в пределах $(-2.1 \pm 0.3) \cdot 10^{-7}$. В третьих, величины внутренних закалочных напряжений микропроводов варьируются в пределах 140 ÷ 370 МПа. При этом, значения закалочных напряжений слабо коррелируют с толщиной стеклянной оболочки и соответствующими величинами отношений диаметров d/D каждого типа микропровода.

Также следует отметить характерные черты каждого типа микропроводов в зависимости от условий их изготовления. Например, микропровода типа М7, М8 имели самую тонкую стеклянную оболочку. Это связано с наименьшей скоростью подачи стеклянной трубки, 1.8 мм/мин. Микропровода М2, М6 наоборот, имели максимальный диаметр стеклянной оболочки, т.к. скорость подачи стеклянной трубки была максимальна (2.7 мм/мин и 2.6 мм/мин, соответственно). Таким образом, скорость подачи стеклянной трубки хорошо коррелирует с измеренными значениями диаметров микропроводов.

В то же время, влияние стеклянной оболочки на характеристики различных типов микропроводов оказалось неоднозначным. Согласно общепринятым представлениям, увеличение толщины стеклянной оболочки должно увеличивать внутренние закалочные напряжения $\Delta\sigma$ в микропроводе. Однако, как следует из рисунка 3.10, микропровод М4, с самой толстой стеклянной оболочкой, 8.5 мкм, имеет в полтора раза меньшее значение закалочных напряжений в сравнении с микропроводом М8, с самой тонкой стеклянной оболочкой, 4.4 мкм. Другой пример - это микропровода М4, М5, М6, изготовленные при близких технологических условиях. Они имеют близкие значения закалочных

напряжений, несмотря на существенное различие толщины стекла. Значение этого параметра сложным образом зависит от всех технологических параметров, состава стеклянной оболочки и металлического кора.

Значения константы магнитострикции (рисунок 3.9) оказались близкими для всех типов микропроводов $((-2.1 \pm 0.3) \cdot 10^{-7})$ за исключением М2. Особенность изготовления этого микропровода заключалась в увеличении скорости смотки микропровода и большем значении мощности, потребляемой нагревателем, т.е. большей скорости охлаждения микропровода в процессе его изготовления.

Таким образом, полученные серии микропроводов имели значительный разброс по своим магнитным характеристикам. Тем не менее, все они характеризовались предельно малыми, менее 0.05 Э, значениями коэрцитивной силы и небольшими значениями поля анизотропии, что важно для многих технических приложений. Контроль процесса литья микропроводов, основанный на непрерывном измерении мощностных и скоростных характеристик позволяет сопоставить технологические параметры с их геометрическими и магнитными свойствами. Но как следует из полученных данных в процессе литья микропроводов сложно обеспечить получение контролируемых магнитных свойств.

3.3 Модификация свойств аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Со

Задача улучшения магнитных и электродинамических характеристик может быть решена на следующем этапе, за счет последующей обработки микропроводов путем их отжига или контролируемого травления стеклянной оболочки.

3.3.1 Модификация свойств аморфных ферромагнитных микропроводов травлением стеклянной оболочки

Как отмечалось ранее, магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов в стеклянной оболочке, определяются главным образом распределением остаточных закалочных напряжений по поперечному сечению микропровода. Частичное или полное удаление стеклянного покрытия микропровода с помощью травления или других методов признано [104-109] перспективным методом контроля распределения остаточных закалочных напряжений в аморфных микропроводах. Необходимым условием такого подхода является точный контроль конечной толщины стеклянной оболочки, а также малой шероховатости поверхности стекла, полученной в процессе травления.

В работах [110,111] предложена методика прецизионного травления стеклянного покрытия для уменьшения внешнего диаметра микропровода с помощью специального геля. Использование геля обеспечивает возможность травления стеклянной оболочки со скоростью – 0,2-2,0 мкм/час и с шероховатостью от 40 до 100 нм в зависимости от глубины травления стеклянной оболочки, а также полное снятие стеклянной оболочки без образования язв и неравномерного травления аморфной магнитной жилы микропровода. Разработанный для травления гель содержит следующие компоненты в весовых процентах: пропиленгликоль 60,3–60,9%; аммоний фтористый кислый 7,27–7,88%; этиловый спирт 4,24–4,85%; и сахара 2,12–2,73%. Другие компоненты – вода с добавлением специальных поверхностно-активных веществ. Аммоний фтористый кислый обеспечивает, за счет гидролиза, образование фтороводородной кислоты, которая растворяет стеклянную оболочку микропровода. По мере расходования фтороводородной кислоты при растворении стеклянной оболочки протекает дальнейший гидролиз аммония фтористого кислого, пополняя гель фтороводородной кислотой. Пропиленгликоль и сахара выполняют роль загустителя (гелеобразователя) и снижают испарение фтороводородной кислоты. Добавка этилового спирта

увеличивает длительность использования и хранения геля, обеспечивая равномерность распределения компонентов в геле и предотвращая его расслаивание.

Для проведения экспериментов по травлению стекла использовались микропровода с диаметрами металлической жилы ($d = 16.7$ мкм; $D = 33.3$ мкм), №1 и ($d = 15.66$ мкм; $D = 30.44$ мкм), №2, в виде отрезков длиной 14- 15 см. В ходе экспериментов проводилось полное погружение образцов микропроводов в травильный гель на несколько часов. В качестве примера, на рисунке 3.11.а показана электронная микрофотография микропровода №2 в исходном состоянии, а на рисунке 3.11.б приведена фотография того же микропровода после травления в геле в течение 1 часа. Видно, что внешний диаметр микропровода уменьшился до $D = 26,7 \pm 0,2$ мкм. Следует также отметить низкую шероховатость поверхности проволоки после травления, которая не превышает 100 нм. Экспериментально было установлено, что при воздействии геля скорость растворения стеклянных оболочек микропроводов остается приблизительно постоянной в течение 3 часов. Однако при дальнейшем травлении средняя скорость растворения стеклянных оболочек микропроводов значительно снижается. На рисунке 3.12 показано изменение глубины травления стеклянной оболочки микропроводов №1 и №2 в зависимости от времени травления. Полученные результаты оказались типичны для всех исследованных участков микропроводов.

Для измерений амплитуды остаточных закалочных напряжений в аморфном ферромагнитном микропроводе использовался метод малоуглового вращения намагниченности. На рисунке 3.13 приведены результаты измерений амплитуды остаточных закалочных напряжений в микропроводах серий №1 и №2 в зависимости от общего диаметра стеклянной оболочки на последовательных этапах травления. Как показано на рисунке 3.13, амплитуда остаточных закалочных напряжений падает приблизительно на 40–50% от исходного значения при уменьшении толщины стеклянного покрытия на 1 мкм (и,

соответственно, уменьшении общего диаметра проволоки на 2 мм), т.е. небольшое уменьшение толщины стеклянной оболочки приводит к значительному уменьшению амплитуды остаточных закалочных напряжений.

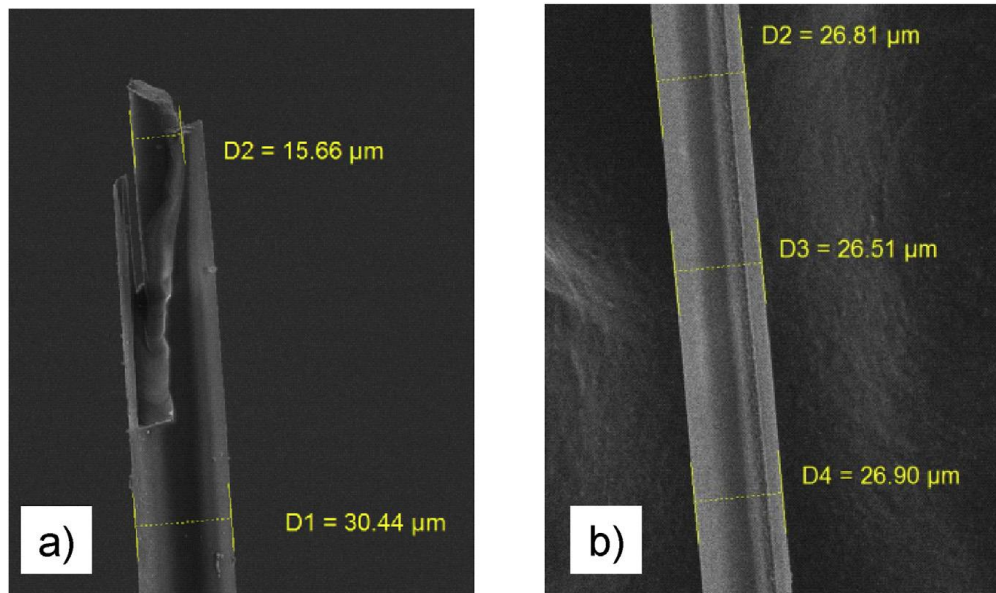


Рисунок 3.11 Электронные микрофотографии микропровода №2: (а) в исходном состоянии общий диаметр $D = 30,44 \mu\text{м}$; (б) после травления в геле в течение 1 ч диаметр стеклянной оболочки $D = 26,7 \pm 0,2 \mu\text{м}$.

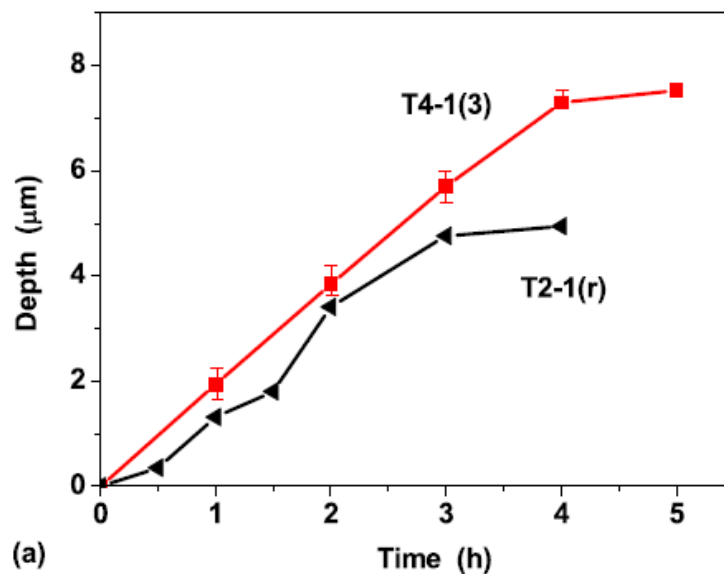


Рисунок 3.12. Зависимость глубины травления стеклянной оболочки микропроводов №№1,2 от времени

Дальнейшие исследования характеристик микропроводов, после частичного травливания стеклянной оболочки, проводились на образцах серии №1 [111]. Для образца с начальным соотношением внутреннего и внешнего диаметров $d/D = 0,66$ и начальной толщиной стеклянного покрытия $t_{sh} = 4,66$ мкм, была определена константа магнитострикции, равная $\lambda_s = -3,5 \times 10^{-7}$, при этом намагниченность насыщения проволоки составляла $M_s = 500 \pm 10$ кА/м. Приведенная величина остаточных закалочных напряжений микропроводе до травления составила $\Delta\sigma/\sigma_0 = 1,5$, где $\sigma_0 = 100$ МПа — характерная величина остаточного напряжения закалки. После травления образца 1 в геле в течение 80 мин толщина стеклянного покрытия уменьшилась до $t_{sh} = 2,61$ мкм. В результате величина остаточного напряжения закалки снизилась до $\Delta\sigma/\sigma_0 = 0,45$. Измерения циркулярной диагональной компоненты магнитоимпеданса показали, что в исходном состоянии амплитуда ГМИ-отклика составляла $\sim 120\%$, а после травления стеклянной оболочки величина ГМИ-отклика увеличивалась до значения 230 %. Измерения недиагональной компоненты магнитоимпеданса, при условиях возбуждения указанных в [111], подтвердили увеличение крутизны преобразования почти в два раза.

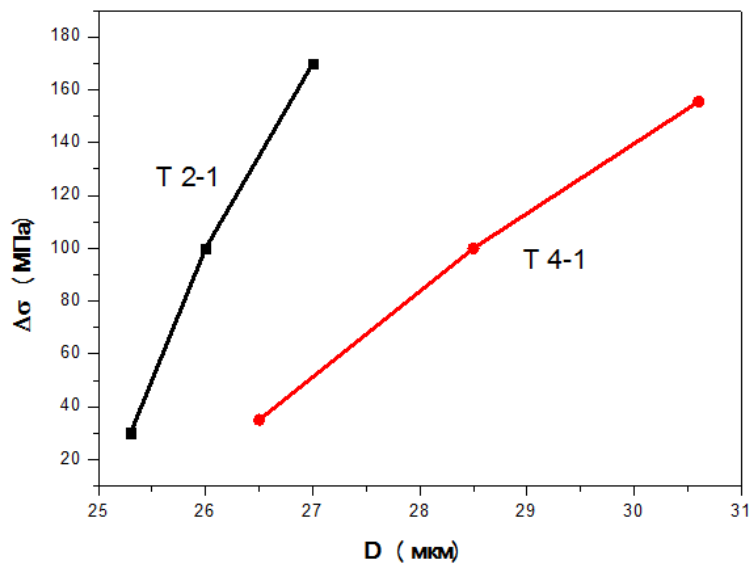


Рисунок 3.13. Амплитуда остаточных закалочных напряжений в микропроводах серий №1 и №2 в зависимости от общего диаметра стеклянной оболочки при травлении гелем.

Таким образом, полученные результаты явно показывают влияние остаточных закалочных напряжений на магнитоимпедансные характеристики микропроводов и возможность управления свойствами микропроводов. Однако, основной существенный недостаток разработанного метода травления стеклянной оболочки для достижения заметного повышения чувствительности ГМИ-датчиков, связан с низкой технологичностью и необходимостью индивидуального подхода к каждому образцу микропровода.

3.3.2 Модификация свойств аморфных ферромагнитных микропроводов Джоулевым нагревом

3.3.2.1 Особенности режимов термообработки

Чтобы найти режимы термообработки микропроводов, необходимые для оптимизации распределения закалочных напряжений в нем, необходимо выполнить ряд условий. Во-первых, должны быть обеспечены различные режимы отжига, включающие термообработку в вакууме и различных инертных средах, воздействие внешнего магнитного поля, магнитного поля переменного тока и приложенных механических напряжений. Во-вторых, необходим комплексный контроль и анализ результатов такой обработки различными магнитными и структурными методами.

Для реализации указанных требований было предложено осуществлять, нагрев внутри герметичного объема за счет протекания по микропроводу постоянного тока известной величины. Контроль за процессом протекания отжига должен осуществляться за счет непрерывного измерения электрического сопротивления микропровода.

Были исследованы две серии микропроводов М2, М5, (раздел 3.2.) Их состав и исходные свойства исследуемых серий микропроводов [102] приведены в Таблице 3.4. При измерениях использовались отрезки микропроводов длиной 100 мм. Стеклянная оболочка на концах провода удалялась лезвием или

разрушалась зажимами. Характерные значения сопротивлений исследуемых отрезков микропроводов варьировались в пределах от 600 до 700 Ом для микропроводов типа M2 и в пределах от 1000 до 1200 Ом – для M5.

Термическая обработка образцов микропроводов проводилась путем их нагрева постоянным током (Раздел 2.3.). Для контроля сопротивления в процессе нагрева, образец АФМ включался в одно из плеч схемы на основе моста Уитстона. Напряжение питания моста U задавалось с помощью программируемого источника питания. Сопротивление АФМ рассчитывалось по изменению напряжения в диагонали моста ΔU в каждый момент времени. Экспериментальная установка и метод определения значения сопротивления АФМ от приложенного тока были описаны ранее в работе [77].

Таблица 3.4 Составы и исходные свойства исследуемых серий микропроводов

Состав	Номер	Диаметр жилы d , μm	Диаметр оболочки D , μm	Отношение, $r = d/D$	Поле анизотропии H_a, O_e	ГМИ отклик %	Магнитострикция $\lambda_s, \times 10^7$
$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	M2	18.16	34.37	0.53	6.2	120	-1.8
$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$	M5	14.55	29.28	0.50	2.2	150	-3.2

После термической обработки проводились измерения динамических петель гистерезиса и определялась величина ГМИ-эффекта. В данном исследовании проводилось измерение циркулярной диагональной ГМИ-компоненты бесконтактным способом [112,113]. Величина $Z_{\phi\phi}$ компоненты тензора импеданса определялась соотношением:

$$\frac{\Delta Z}{Z} = \frac{Z(H) - Z(\infty)}{Z(\infty)} * 100\% \quad (3.1)$$

где $Z(H)$ – импеданс образца в магнитном поле H , $Z(\infty)$ – импеданс образца в поле насыщения.

Исследование образцов каждого типа микропроводов проводилось в несколько этапов. Сначала мы определяли динамические петли гистерезиса и

величину ГМИ-эффекта отобранных для исследования образцов микропроводов в исходном состоянии (as cast). После этого проводили полную термическую обработку микропроводов до полной кристаллизации. Затем по кривой относительного сопротивления от величины тока проводили термообработку нескольких образцов путем их нагрева постоянным током (Joule heating) в различных режимах. Затем проводились повторные измерения магнитных характеристик АФМ.

Для выявления особенностей термического воздействия на АФМ, проводился их нагрев в максимальном диапазоне воздействующего тока до полной кристаллизации. На рисунке 3.14 приведены характерные графики зависимостей относительных изменений сопротивлений от приложенной мощности для микропроводов обеих серий М2 и М5. При проведении данных измерений прикладываемая тепловая мощность сначала плавно нарастала с небольшой скоростью ~ 7.5 мВт/с, до максимального значения 4.5 Вт. Затем в течение некоторого времени (10 минут) следовала выдержка при достигнутом значении мощности, после чего мощность так же плавно снижалась. В ходе такого «полного» отжига мы получали информацию о характере изменения сопротивления АФМ.

Графики на рисунке 3.14 показывают, что поведение при термической обработке АФМ М2 (черная кривая) и М5 (красная кривая) примерно одинаково и отличается лишь в диапазоне тепловых мощностей 3.5 - 4.1 Вт. При комнатной температуре относительное сопротивление всех АФМ считается равным единице. При малых значениях прикладываемой тепловой мощности относительное сопротивление сначала падает, до некоторого минимума, затем начинает расти и достигает предельного максимального значения. Дальнейшее увеличение прикладываемой мощности приводит сначала к резкому падению относительного сопротивления, а затем к его некоторому росту. В процессе выдержки АФМ, при фиксированном значении максимальной мощности, сопротивление АФМ практически не меняется. В процессе снижения прикладываемой мощности

происходит плавное уменьшение относительного сопротивления. После завершения термической обработки и охлаждения образца АФМ до комнатной температуры относительное сопротивление испытуемых АФМ уменьшалось примерно на 10 % (полный спад до комнатной температуры на графике не показан). Изменения относительного сопротивления в зависимости от приложенной мощности являются косвенным подтверждением происходящих в АФМ структурно-фазовых процессов (участок задаваемой мощности до ~ 3.5 Вт) и кристаллизации (мощность выше 3.5 Вт). Динамические петли гистерезиса АФМ прошедших кристаллизацию, характеризовались значительной, выше 140 Э, коэрцитивной силой, эффект ГМИ в них не наблюдался.

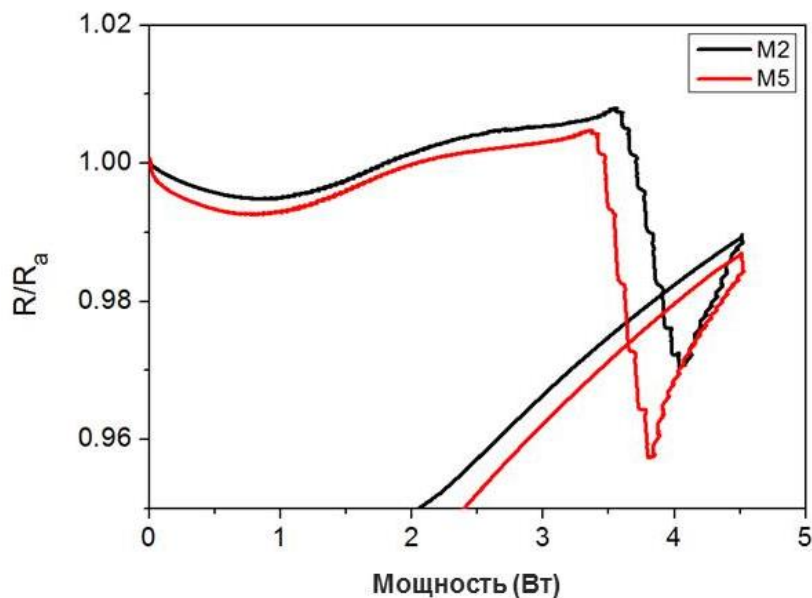


Рисунок 3.14. Изменения относительного сопротивления микропроводов серии M2 (черная кривая) и серии M5 (красная кривая) в диапазоне изменений мощности отжига до 4.5 Вт (выше температуры начала кристаллизации микропроводов).

Поведение относительного сопротивления обеих серий микропроводов было тщательно изучено в области мощностей до ~ 3.5 Вт (максимальный ток отжига 63 мА). На рисунке 3.15. а,б показаны кривые изменения относительного сопротивления в зависимости от амплитуды тока отжига для серий микропроводов M2 и M5. Анализируя графики, можно проследить динамику термообработки. При малом значении тока отжига от нуля до ~ 25 -30 мА

нормированное удельное сопротивление всех микропроводов незначительно снижалось примерно на 0,5%. При дальнейшем увеличении тока нормированное удельное сопротивление возрастало до тех пор, пока ток не достигал заданного значения I_{max} . При постепенном уменьшении амплитуды тока и соответствующем охлаждении микропровода относительное сопротивление микропроводов возрастало и приобретало новое значение при комнатной температуре. Максимальное увеличение нормированного удельного сопротивления обеих серий микропроводов после отжига могло достигать примерно 1% по сравнению с исходным значением. Следует отметить, что после первой обработки Джоулевым нагревом состояние обеих серий микропроводов стабилизировалось. При последующем нагреве при том же максимальном значении тока поведение удельного сопротивления соответствовало участкам охлаждения на кривых на рисунке 3.15 а,б.

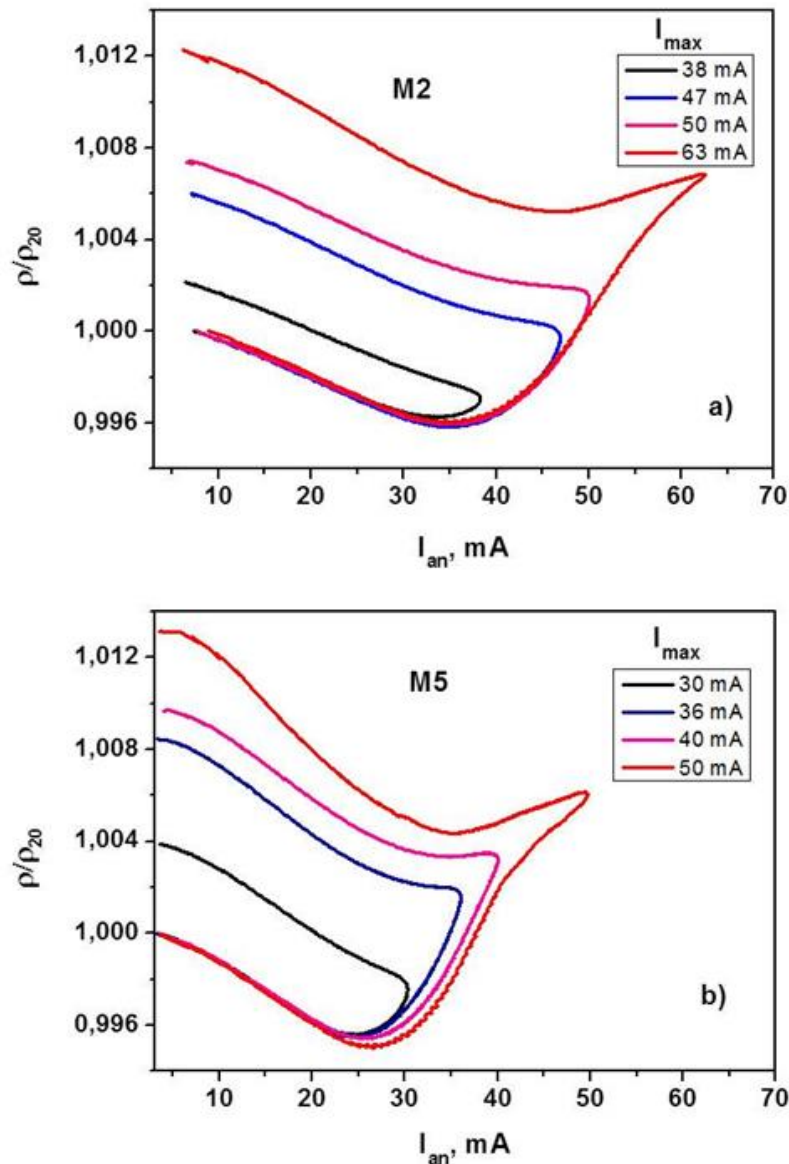


Рисунок 3.15 Зависимости изменений удельного сопротивления от амплитуды тока Джоулева нагрева: а) для серии микропроводов М2; б) для серии микропроводов М5.

На рисунке 3.15 а показано поведение нормированного удельного сопротивления образцов серии М2 при различных значениях максимального тока отжига. Все кривые имеют минимум при значении тока около 35 мА. Следует отметить, что при амплитуде тока отжига более 50 мА минимальное нормированное удельное сопротивление немного смещается вправо. Это означает, что Джоулев нагрев приводит к необратимым изменениям удельного сопротивления микропровода.

Зависимость нормированного удельного сопротивления от тока отжига для микропроводов серии М5 показана на рисунке 3.15.б. Эти кривые демонстрируют поведение, аналогичное кривым микропроводов серии М2, но их минимум находится в диапазоне токов $\sim 25-28$ мА, а максимальное значение тока ограничено 50 мА.

3.3.2.2 Магнитные и ГМИ свойства ферромагнитных микропроводов при Джоулевым нагреве

Результаты измерений петель гистерезиса АФМ серий М2 и М5 до и после Джоулева нагрева, приведены на рисунке 3.16 а,б. Исходные петли характеризовались коэрцитивной силой менее 0.05 Э, квазилинейным участком в области нулевых полей и достигали насыщения при значениях поля анизотропии не более 5 Э. После проведения Джоулева нагрева общую динамику поведения петель гистерезиса можно охарактеризовать следующим образом. При воздействиях небольших токов отжига, менее 25 мА, гистерезисная петля практически не изменялась. После приложения большего тока, петли гистерезиса увеличивали наклон (величина эффективного поля анизотропии соответственно уменьшалась) и могли трансформироваться к бистабильному виду. Приложение еще большего тока в процессе нагрева приводило к обратному эффекту, при котором петли вновь становились квазилинейными, причем поле анизотропии могло увеличиваться до своего исходного значения и превышать его.

Особенности поведения динамических петель образцов микропроводов серии М2 после нагрева заключались в следующем (см. рисунок 3.16.а). В исходном состоянии петли характеризовались полем анизотропии ~ 5 Э (черная динамическая петля). После нагрева током выше 30 мА величина поля анизотропии уменьшалась (синяя кривая после воздействия током 49 мА) и достигала практически нулевых значений (ток 55 мА, пурпурная кривая). Дальнейшее увеличение тока нагрева приводило к резкому возрастанию поля анизотропии до значений выше исходного (62.6 мА, красная кривая). Общий ход

изменения величины поля анизотропии образцов микропроводов серии M2, приведен на вставке рисунка 3.16.а.

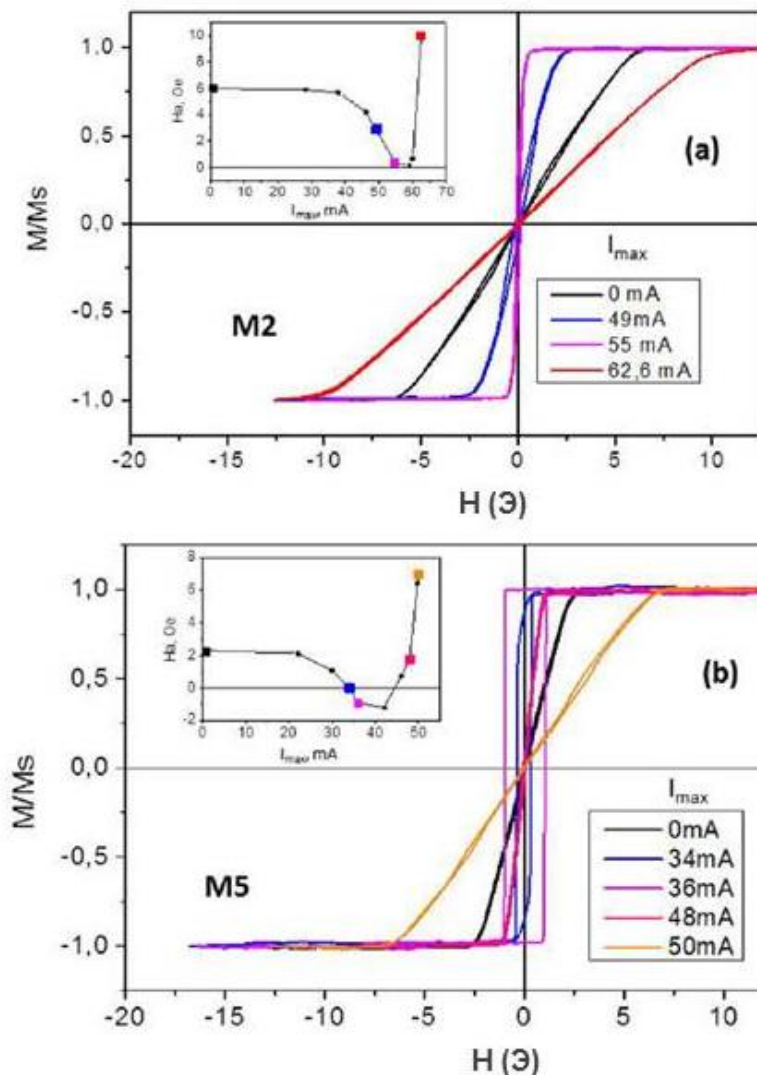


Рисунок 3.16. Петли гистерезиса микропроводов после Джоулева нагрева при различных значениях тока отжига: а) для серии микропроводов M2; б) для серии микропроводов M5. На вставках приведены зависимости значения поля анизотропии от максимального тока отжига:

В отличие от микропроводов серии M2, динамические петли серии M5, рисунок 3.16.б, изначально характеризовались меньшим полем анизотропии, составлявшим примерно 2 Э- 2.5 Э (черная кривая, рисунок 3.16.б). При увеличении тока нагрева до 30 мА величина поля анизотропии уменьшалась и достигала практически нулевых значений (синяя кривая, ток 34 мА). При дальнейшем увеличении тока нагрева динамические петли становились

бистабильными (пурпурная кривая, ток нагрева 36 мА) с максимальным полем нуклеации ~ 1.5 Э. Дальнейшее увеличение тока нагрева приводило к обратному изменению поля анизотропии – его величина снова приближалась к нулевым значениям (красная кривая, ток 48 мА), и затем возрастала до значений выше исходного (оранжевая кривая, 50 мА). Общий ход изменения величины поля анизотропии образцов микропроводов серии М5, приведен на вставке рисунка 3.16.б.

При ГМИ-измерениях использовались те же самые образцы, что и при измерениях динамических петель гистерезиса. Чтобы избежать воздействия на образец микропровода при подключении контактов, мы измеряли циркулярную диагональную, $Z_{\phi\phi}$, компоненту тензора импеданса микропровода бесконтактным методом.

Особенности поведения ГМИ-характеристик микропроводов серии М2, в зависимости от токовых воздействий (в соответствии с рисунком 3.15.а), приведены на рисунке 3.17.а. В исходном состоянии амплитуда ГМИ-отклика составляла 120% (черная кривая). После нагрева током выше 40 мА величина ГМИ-отклика увеличивалась до значения 200 % (синяя кривая, ток 46 мА) и достигала максимального значения порядка 280 % при токе отжига 50 мА. Величина максимума удерживалась примерно на одном уровне при нагреве токами до 60 мА (ток 59 мА, пурпурная кривая). Дальнейшее увеличение тока нагрева приводило к уменьшению амплитуды отклика и его уширению (63 мА, красная кривая). Общий ход изменения амплитуды циркулярной диагональной компоненты ГМИ-отклика микропроводов серии М2, приведен на вставке рисунка 3.17.а.

В отличие от М2, индукционная ГМИ-компонента микропроводов серии М5, рисунок 3.17.б, изначально характеризовалась большими значениями, составившими примерно 150% (черная кривая, рисунок 3.17.б). При увеличении тока нагрева величина ГМИ-отклика увеличивалась (синяя кривая, ток 22 мА) и достигала максимальных значений порядка 220 % при токе 32 мА. При

дальнейшем увеличении тока нагрева амплитуда ГМИ-отклика резко падала (пурпурная кривая, ток 36 мА). Дальнейшее увеличение тока отжига приводило к повторному увеличению ГМИ-отклика до второго максимума в 220% (красная кривая, 46 мА), а затем к его уменьшению с увеличением тока нагрева (оранжевая кривая, 50 мА). Общий ход изменения амплитуды ГМИ-отклика образцов микропроводов серии М5, приведен на вставке рисунка 3.17.б.

Представленные экспериментальные данные показывают, что в процессе Джоулева нагрева в микропроводах с металлической жилой состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, покрытых стеклянной оболочкой, происходят значительные изменения электрических и магнитных свойств. Эти свойства отражают структурно-фазовые изменения микропровода при переходе из аморфного в кристаллическое состояние. При этом, наиболее важные для приложений, ГМИ-характеристики могут улучшаться и достигать своего максимального значения.

Приведенные на вставке рисунка 3.17.б экспериментальные данные показывают, что в микропроводах серии М5 наблюдаются две области, соответствующие максимальному ГМИ-отношению. Первый максимум ГМИ-отношения наблюдался после Джоулева нагрева током амплитудой ~ 32 мА, а второй пик после нагрева током ~ 46 мА. Оба полученных значения оптимального тока нагрева находятся вблизи точек перегиба кривых относительного сопротивления микропровода (рисунок 3.15.б). При этом, максимальные значения ГМИ-отношения имели микропровода, у которых динамические петли характеризовались близкими к нулю значениями поля анизотропии (рисунок 3,16.б). Подобная взаимосвязь величины тока Джоулева нагрева, изменения относительного сопротивления, величины поля анизотропии и максимума ГМИ-отклика в микропроводах ранее не отмечалась.

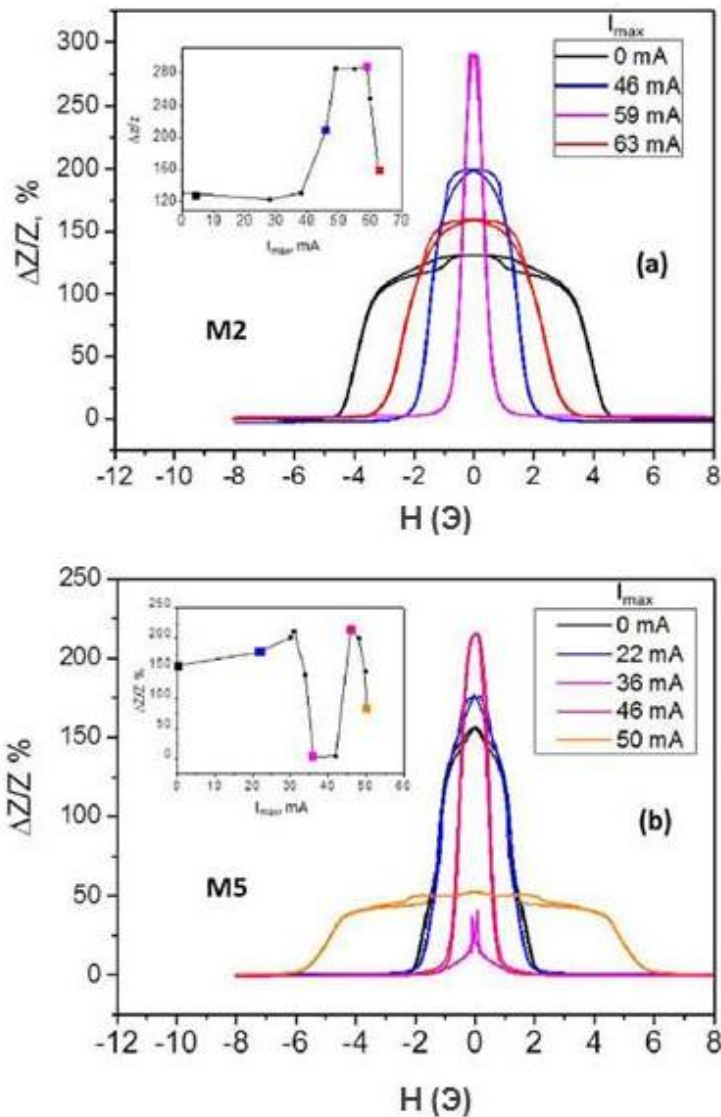


Рисунок 3.17. Значение коэффициента ГМИ микропроводов после Джоулева нагрева при различных значениях тока; на вставках показана зависимость максимального уровня коэффициента ГМИ от максимального тока отжига: а) для серии микропроводов М2; б) для серии микропроводов М5.

Микропровода серии М 2, отличающиеся условиями изготовления, диаметрами металлической жилы и стеклянной оболочки, показали сходные соответствия между их характеристиками. Действительно, для микропроводов этой серии наблюдалась одна, относительно широкая область с максимальным ГМИ-отношением в интервале Джоулевых токов нагрева от 53 до 60 мА. Эти значения токов также находятся вблизи точек перегиба кривых относительного

сопротивления микропровода (рисунок 3.15.а.) и соответствуют динамическим петлям гистерезиса с близким к нулю полем анизотропии (рисунок 3.16.а.).

Таким образом, происходящие в процессе Джоулева нагрева, относительные изменения сопротивления микропроводов позволяют определить режимы отжига, при которых достигается существенное повышение ГМИ-отношения.

3.4 Свойства отрезков микропроводов на основе Со

Рассматриваемые кобальтовые микропровода имеют отрицательную, близкую к нулю константу магнитострикции ($\lambda_s \sim - (1 - 3) \times 10^{-7}$) [114,115]. Общепринято, что в длинных Со микропроводах в нулевом магнитном поле, намагниченность имеет азимутальное (или близкое к нему) направление, за исключением небольшой области вблизи оси микропровода, где находится так называемый обменный кор с аксиальной намагниченностью [8]. В диапазоне внешних продольных магнитных полей $0 < H_x < H_{a,ef}$, аксиальная компонента намагниченности микропровода постепенно увеличивается и приближается к насыщению при $H_x = H_{a,ef}$. В небольших отрезках Со микропроводов краевые эффекты могут оказывать влияние на распределение намагниченности и должны учитываться при разработке миниатюрных датчиков. В данном разделе представлены результаты исследования собственной магнитной индукции от замыкающих доменов и определения распределения продольной компоненты намагниченности в отрезках кобальтовых микропроводов во внешних продольных магнитных полях, полученные с помощью метода сканирующей ГМИ-магнитометрии (Глава 2.4). Для сравнения продольная компонента намагниченности определялась индукционным методом, Глава 2.

3.4.1 Распределение магнитной индукции над отрезками Co микропроводов

В качестве образцов использовались отрезки аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Co, в стеклянной оболочке, изготовленные по технологии Тейлора –Улитовского в НИТУ «МИСиС». Микропровода имели металлическую жилу диаметром 18.1 мкм из сплава состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, а их полный диаметр был равен 34.4 мкм (отрезки микропроводов серии M2). Отрезки исследуемых образцов имели длину $2L \sim 10$ мм.

При измерениях отрезков Co микропроводов методом сканирующей ГМИ-магнитометрии были получены изображения их собственной магнитной индукции $B_z(x,y)$ в различных внешних (подмагничивающих) продольных магнитных полях, H_x [116]. В качестве примера на рисунке 3.18 приведено изображение компоненты магнитной индукции $B_z(x,y)$ над микропроводом длиной 10,1 мм (черный отрезок в центре), на минимальном (~ 1 мм) расстоянии между образцом и ГМИ-датчиком. Данное магнитное изображение было получено при воздействии магнитного поля H_x колец Гельмгольца величиной + 350 А/м, направленного вдоль оси микропровода (слева - направо), в котором микропровод намагничивался до состояния близкого к насыщению. Как следует из данных на рисунке 3.18.а, положительный и отрицательный экстремумы компоненты собственной магнитной индукции $B_z(x,y)$ локализованы вблизи концов отрезка микропровода. Приведенный на рисунке 3.18.б. график представляет численные значения профиля компоненты магнитной индукции $B_z(x) = B_z(x, y = 0)$ вдоль оси микропровода. Видно, что в области экстремумов величина $B_z(x)$ достигает максимальных значений $\sim \pm 9\,000$ нТл.

При уменьшении подмагничивающего поля с + 350 А/м до 0, амплитуда экстремумов уменьшалась почти до нуля. Смена знака и увеличение подмагничивающего поля до минус 350 А/м приводит к смене знака магнитных экстремумов на противоположный и увеличению их амплитуды до

максимального значения. Важно подчеркнуть, что при уменьшении внешнего поля, положение и форма экстремумов над концами кобальтовых микропроводов практически не изменялись. В то же время, амплитуда экстремальных значений индукции, $|B_{zext}|$, снижается, примерно, пропорционально величине внешнего продольного поля $|H_x|$. На рисунке 3.19.а. приведены отдельные профили компоненты собственной магнитной индукции над осью отрезка микропровода при указанных значениях внешнего поля, H_x .

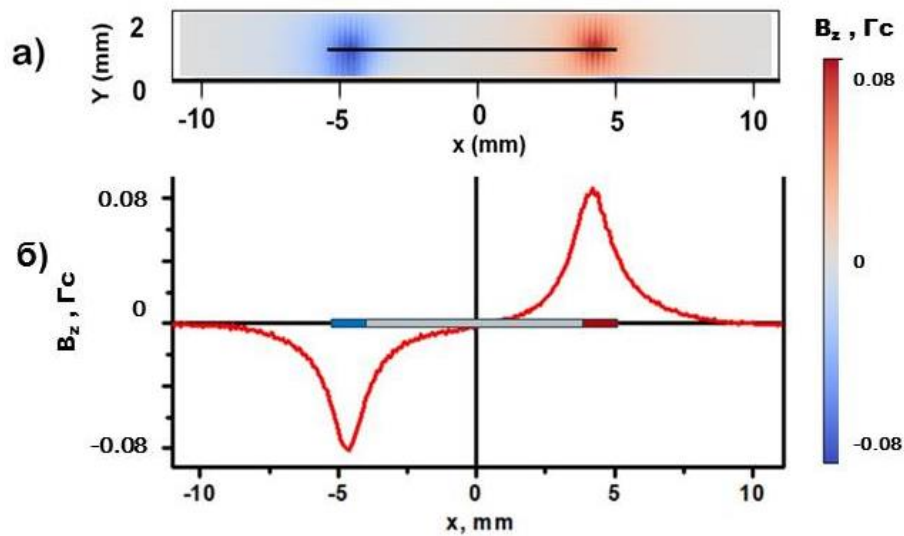


Рисунок 3.18. (а) Магнитное изображение компоненты собственной магнитной индукции $B_z(x,y)$ над отрезком микропровода длиной 10,1 мм в продольном магнитном поле 350 А/м; (б) – профиль $B_z(x)$ вдоль оси микропровода.

Чтобы сопоставить эволюцию представленных профилей с изменением магнитного момента образца под действием внешнего поля, на рисунке 3.19б. приведена, измеренная индукционным методом, динамическая петля гистерезиса того же отрезка микропровода. Как следует из представленных данных, в области магнитных полей выше поля анизотропии, $H_x > H_a \sim 140$ А/м, петля выходит на насыщение. В области ниже поля анизотропии, на петле наблюдается квазилинейный участок с постоянным наклоном и малой коэрцитивной силой, $H_c \sim 3$ А/м. Точки на петле гистерезиса указывают значения подмагничивающего поля, H_x при которых были измерены профили рисунка 3.19.а.

3.4.2 Вариационная модель для определения продольной намагниченности в отрезках Со микропроводов

Как было сказано выше, в отсутствии внешнего продольного магнитного поля, в Со микропроводах (за исключением малой центральной части, содержащей продольно намагниченный кор) циркулярная компонента вектора намагниченности близка к предельной величине, $J_\phi \approx J_s$. Во внешних продольных полях выше эффективного поля анизотропии H_a , Со микропровод намагничивается до состояния близкого к насыщению и уже продольная компонента намагниченности $J_0 \approx J_s$. Вблизи концов микропровода магнитостатическое взаимодействие вызывает спадание продольной компоненты намагниченности и появление (фиктивных) магнитных зарядов. Предполагается, что во внешних полях меньше поля анизотропии ($H_x < H_a$), вектор намагниченности имеет только продольную и азимутальную компоненты [117]. В силу азимутальной симметрии задачи вклад азимутальной компоненты в дивергенцию намагниченности (в плотность магнитного заряда) отсутствует, и только неоднородность продольной компоненты намагниченности определяет распределение магнитной индукции вокруг намагниченного образца микропровода.

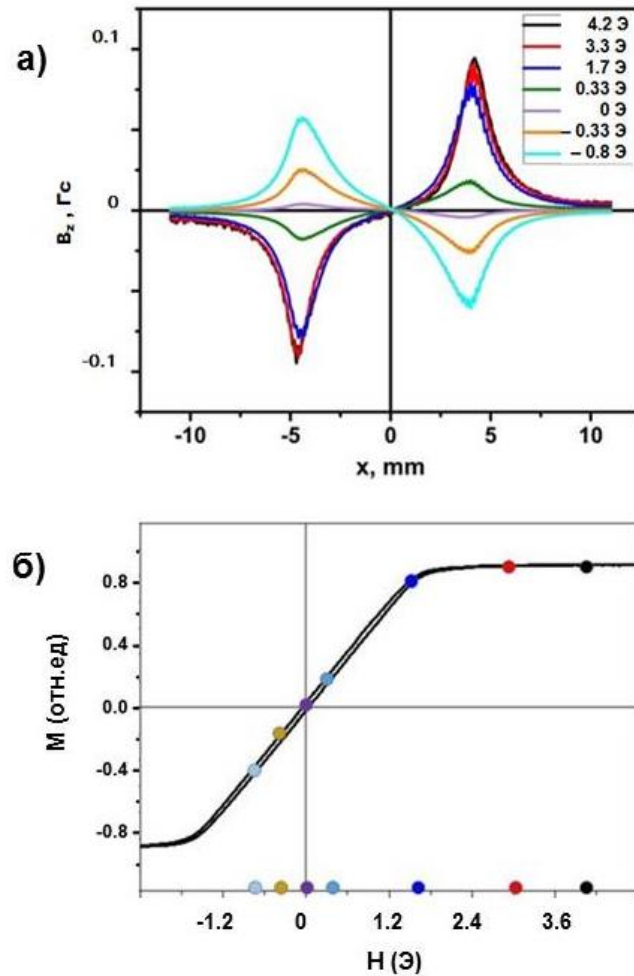


Рисунок 3.21 (а) Профили компоненты магнитной индукции $B_z(x)$ вдоль оси микропровода, измеренные при указанных значениях подмагничивающего поля, H_x , (б) динамическая петля гистерезиса того же образца Со микропровода; цветные точки указывают положение соответствующих профилей $B_z(x)$.

Вышесказанное позволяет полагать, что, в случае однородно намагниченного отрезка микропровода, измеряемая с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра компонента его собственной магнитной индукции $B_z(x,y)$ полностью определяется магнитным диполем с плечом, равным длине образца, с распределенными концевыми магнитными зарядами. Такая модель была использована в работе [118] при исследовании поведения намагниченности отрезков железного микропровода во внешнем продольном поле и позволила добиться высокой точности совмещения экспериментального и теоретического профилей вертикальной компоненты индукции. Ниже рассматривается

обобщение модели [118] на случай произвольного количества областей неоднородности продольной намагниченности по длине S_0 микропровода. В ходе расчетов определяется нормальная компонента собственной магнитной индукции $B_z(x, y, z)$ на высоте z вблизи микропровода длиной $2L$, радиусом r_0 , расположенного вдоль оси x с центром в точке $x = 0$.

В отсутствии структурных неоднородностей внутри микропровода, продольная намагниченность J постоянна по всей его длине за исключением концевых участков. Дефекты структуры материала могут привести к нарушению однородности намагниченности в области U , в которой продольная намагниченность меняется, образуя магнитные заряды с продольной плотностью $\rho_m = -\pi r_0^2 (dJ / dx)$. Заряды такой области вносят вклад в распределение $B_z(x, y, z)$ компоненты магнитной индукции вблизи микропровода, описываемый выражением:

$$B_z(x, y, z) = \frac{\mu_0}{4\pi} \int_U \rho_m(x_1) \frac{z dx_1}{[z^2 + y^2 + (x - x_1)^2]^{3/2}}. \quad (3.2)$$

Подбирая параметры распределения магнитных зарядов $\rho_m(x)$, обеспечивающих приемлемое совпадение расчетного и измеренного профилей, может быть найдено распределение средней по радиусу продольной намагниченности микропровода. Для случая кусочно-линейного приближения зависимости $J(x)$, плотность магнитного заряда на i -ой области U_i неоднородности намагниченности равна $\rho_{mi} = -\pi r_0^2 (\Delta J_i / u_i)$, где ΔJ_i - перепад намагниченности в ней, u_i – ширина этой области. В случае, если область неоднородности расположена целиком справа от середины отрезка микропровода и ее правая граница находится в точке $x = L_i$, то ее вклад в вертикальную компоненту индукции от распределенного в ней заряда определяется формулой:

$$B_{zi}(x, y, z) = \frac{-\mu_0 \Delta J_i r_0^2 z}{4u_i (y^2 + z^2)} \left[\frac{L_i - x - u_i}{\sqrt{(L_i - x - u_i)^2 + y^2 + z^2}} - \frac{L_i - x}{\sqrt{(L_i - x)^2 + y^2 + z^2}} \right]. \quad (3.3)$$

Если область неоднородности намагниченности расположена целиком слева от середины микропровода и ее левая граница находится в точке $x = -L_i$, то ее вклад в индукцию определяется формулой:

$$B_{zi}(x, y, z) = \frac{\mu_0 \Delta J_i r_0^2 z}{4u_i (y^2 + z^2)} \left[\frac{L_i + x - u_i}{\sqrt{(L_i + x - u_i)^2 + y^2 + z^2}} - \frac{L_i + x}{\sqrt{(L_i + x)^2 + y^2 + z^2}} \right]. \quad (3.4)$$

Если же границы области неоднородности находятся по обе стороны от центра отрезка микропровода, то ее можно разделить в точке $x = 0$ на две области, применяя к правой из них формулу (3.3), а к левой – формулу (3.4). Для определения теоретической компоненты индукции необходимо подобрать количество областей неоднородностей намагниченности в микропроводе и сложить вклады от них. Координаты границ неоднородностей L_i , величины и знак перепадов намагниченности ΔJ_i на этих неоднородностях, их ширины u_i и высота измерения z являются вариационными (подгоночными) параметрами модели. Их подбор, обеспечивающий совпадение с требуемой точностью экспериментального и расчетного профилей компоненты собственной индукции определяет структуру намагниченности микропровода.

В качестве примера, на рисунке 3.20.a приведены экспериментальные (Ex, показаны точками) и теоретические (Th, показаны сплошными линиями) графики распределения намагниченности над отрезком кобальтового микропровода длиной 10.1 мм, полученные при воздействии внешних продольных полей плюс 336 А/м, плюс 27 А/м и минус 67 А/м, соответственно. Теоретические профили индукции на рисунке 3.20.a, рассчитанные для тех же магнитных полей, соответствуют профилям распределения намагниченности и магнитного заряда в микропроводе, приведенным на рисунке 3.20.b,c. Хорошая степень совпадения указанных профилей, рисунок 3.20.a, говорит о точности полученных

распределений намагниченности и магнитного заряда в изучаемом кобальтовом микропроводе.

На рисунке 3.20.b видно, что при всех указанных значениях внешнего магнитного поля, модуль намагниченности $|J(x)|$, сначала монотонно нарастал до своего максимального значения, а затем так же монотонно спадал до нуля на другом конце микропровода. На рисунке.3.20.c схематически изображены профили распределения магнитного заряда вдоль образца при разных значениях внешнего магнитного поля.

В сильном продольном поле (336 А/м), весь объем кобальтового микропровода намагничен однородно, причем намагниченность близка к намагниченности насыщения, $J(x) = J_s$ и только на краях, в области шириной $u \sim 1,2$ мм, выступают распределенные магнитные заряды. Вклады правого и левого конца микропровода в его собственную индукцию описываются формулами (3.3) и (3.4), в которых $L_i = L$. При уменьшении внешнего поля до значений порядка поля анизотропии ($H_x \sim H_a$), магнитный заряд на рисунке 3.20.c несколько расширяется до значения $u \sim 1,5$ мм. При значениях поля $H_x < H_a$, ширина магнитного заряда сохраняется, а его величина уменьшается пропорционально внешнему полю. Величина намагниченности в центральной области образца и величины магнитных зарядов вблизи его торцов монотонно убывают с уменьшением поля. Кроме этого, сравнительно небольшие магнитные заряды проявляются на некотором расстоянии от концов микропровода, что соответствует появлению перепадов намагниченности во внутренних областях образца.

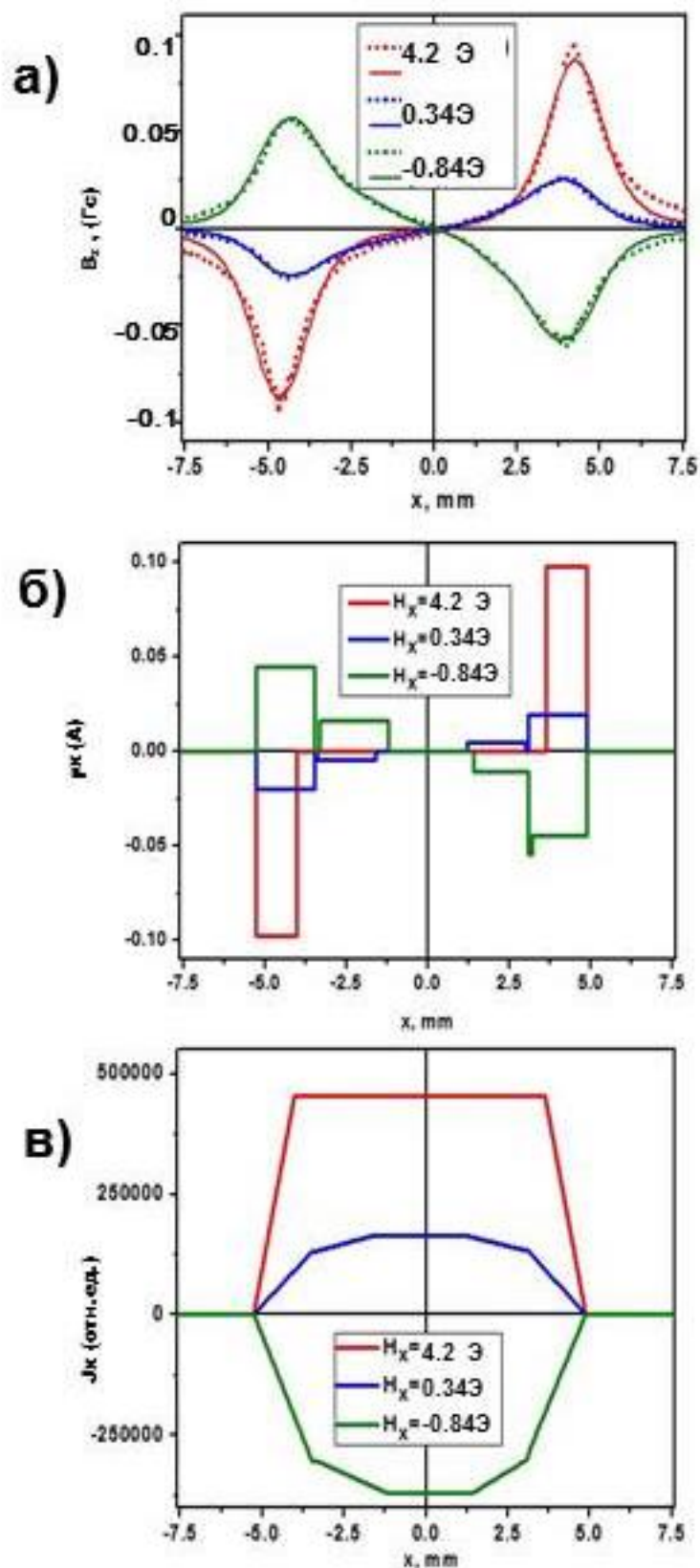


Рисунок 3.20 а) - экспериментальные (E_x , точечные линии) и теоретические (Th сплошные линии) профили магнитной индукции Co-rich микропровода длиной 10,1 мм во внешних магнитных полях амплитудой +336 А/м, +27 А/м и -67 А/м, б) – профили распределения намагниченности и в) – профили распределения магнитного заряда.

Неизменность формы концевой домена в однородном кобальтовом микропроводе, по-видимому, объясняется тем, что его продольная намагниченность примерно пропорциональна внешнему полю, а ширина концевой домена определяется как раз отношением H_x/J , определяющим баланс между магнитостатической энергией взаимодействия зарядов в домене и энергией Зеемана – взаимодействия с внешним полем.

Хорошая степень совпадения экспериментальных и теоретических кривых на рисунке 3.20.а показывает правомерность применения кусочно-линейной модели намагничивания отрезков микропроводов и, одновременно, надежность полученных распределений намагниченности в них. В частности, можно сделать вывод об относительной узости переходных участков между зонами постоянного наклона $J(x)$.

Отметим также, что среди исследованных отрезков микропроводов были и существенно неоднородные образцы, сложную магнитной структуру которых удалось надежно восстановить с точностью до деталей размерами $\sim 0,1$ мм. В некоторых образцах, в отсутствии внешнего поля, наблюдались локальные перепады продольной намагниченности, сравнимые по форме и амплитуде с замыкающими магнитными доменами. При этом важно подчеркнуть, что в ходе всех выполненных измерений, данные о распределении магнитных полей рассеяния хорошо согласовывались с предположением об одном направлении азимутальной намагниченности во всем объеме аморфного Co-rich микропровода. Никакие периодические бамбуковые структуры в распределении намагниченности не были обнаружены. Полученные данные о поведении структуры намагниченности во внешнем магнитном поле полезны при выработке критерия отбора отрезков Co микропроводов для использования в ГМИ-датчиках.

3.4.3 Модель концевой домена в Co и Fe микропроводах

Как показано в предыдущем разделе, в отрезках Co микропроводов ширина концевой домена остается практически неизменной при $|H_x| < H_a$, а амплитуда намагниченности увеличивается пропорционально увеличению внешнего поля. При достижении величины магнитного поля $H_x \sim H_a$, амплитуда намагниченности достигает максимального значения. Дальнейшее увеличение магнитного поля $H_x > H_a$ приводит к монотонному уменьшению ширины концевой домена.

В отличие отрезков Co микропроводов, в отрезках Fe микропроводов ширина концевой домена u становится заметной только в слабых продольных магнитных полях $H_x \leq H_c$. Ширина концевой домена начинает быстро увеличиваться при включении обратного поля вплоть до поля переключения H_c . Когда происходит переворот намагниченности, ширина концевой домена уменьшается скачком, а далее, с увеличением модуля поля, уменьшается постепенно. Величина намагниченности в основном объеме микропровода во всем диапазоне значений внешнего магнитного поля (за исключением окрестности $|H_x| < H_c$), остается неизменной, близкой к намагниченности насыщения [119]. Для объяснения особенностей поведения концевой домена в отрезках аморфных ферромагнитных микропроводов разного состава предложен обобщенный подход на основе условия минимума магнитной энергии, связывающий свойства концевой домена с диаметром микропровода, магнитными характеристиками его материала и величиной внешнего магнитного поля.

Рассмотрим длинный отрезок однородного микропровода радиуса r_0 , лежащий на оси X слева, правый конец которого находится в точке $x = 0$. В центральной части (вдали от конца) продольная намагниченность микропровода однородна и равна своему равновесному значению, $J(x) = J_0$. Вблизи конца микропровода однородность намагниченности нарушается, формируется концевая доменная стенка, внутри которой намагниченность спадает до нуля,

образуя тем самым магнитные заряды с линейной плотностью $\rho_m = -\pi r_0^2 (dJ / dx)$. Как и в работах [116-118], будем полагать линейное спадание продольной намагниченности $J(x)$: $J(x) = -J_0 x / u$ при $-u < x < 0$, где u – ширина замыкающего концевой домена.

Неоднородность намагниченности на краю микропровода приводит к появлению дополнительной магнитной энергии концевой домена, E_m , обусловленной взаимодействием магнитных зарядов и изменением энергии взаимодействия намагниченности с внешним полем H_x и полем анизотропии H_a . Связь между шириной концевой домена u в аморфном микропроводе с его магнитными параметрами, J_s и H_a , и внешним полем определяется, минимизируя дополнительную энергию концевой домена. При этом, в основном объеме микропровода величина намагниченности J_0 находится из условия минимума плотности магнитной энергии W_m в длинном однородном отрезке микропровода.

Рассмотрим оба типа микропроводов на основе Co и Fe, отличающиеся знаком константы магнитострикции. Для описания характера анизотропии железного микропровода использовано приближение «продольная анизотропия», а для кобальтового микропровода – «циркулярная анизотропия». Равновесное значение продольной намагниченности J_0 для двух указанных типов образцов соответствует минимуму магнитной энергии:

$$w_m = W_m / \mu_0 = \mp 0,5 H_a J_0^2 / J_s - H_x J_0, \quad (3.5)$$

где, H_a – поле анизотропии, H_x – продольное внешнее магнитное поле, J_s – намагниченность насыщения материала. Здесь и ниже верхний знак соответствует микропроводу на основе железа, нижний – микропроводу на основе кобальта. Для железного микропровода минимуму энергии (3.5) соответствуют только два значения намагниченности, $J_0 = \pm J_s$, совпадая по знаку с внешним полем, так как энергия w_m монотонно убывает с ростом J_0 при $H_x > 0$ и монотонно возрастает

при $H_x < 0$. Для кобальтового микропровода $\partial w_m / \partial J_0 = 0 \rightarrow J_0 = H_x J_0 / H_a$. В рассматриваемой модели полагаем, что вектор намагниченности имеет только продольную и азимутальную компоненты, а модуль вектора намагниченности всюду равен своему максимальному значению, $J_\phi^2 + J_0^2 = J_s^2$.

Из-за неоднородности намагниченности внутри доменной стенки появляется добавка к магнитной энергии от слагаемых в правой части уравнения (3.5):

$$\Delta E_{m1} = \pi r_0^2 \int_{-u}^0 \left[\mp 0,5 H_a (J_0(x)^2 - J_0^2) / J_s - H_x (J_0(x) - J_0) \right] dx = \pi r_0^2 \left(\pm \frac{H_a J_0^2}{3 J_s} + \frac{H_x J_0}{2} \right) u, \quad (3.6)$$

Кроме того, появляется вклад в энергию от поля H_m , создаваемое магнитными зарядами (энергия взаимодействия магнитных зарядов),

$$\Delta E_{m2} = \frac{\pi r_0^2}{2} \int_{-\infty}^0 H_m(x) J(x) dx. \quad (3.7)$$

Упрощенное выражение для энергии взаимодействия магнитных зарядов в области концевой доменной стенки может быть представлено в виде:

$$\Delta E_{m2} = \frac{\xi J_0^2}{4} \left[\frac{2u}{3} \cdot \left(1 - \left(1 + \frac{r_0^2}{u^2} \right)^{3/2} + \frac{r_0^3}{u^3} \right) + \frac{r_0^2}{u} \left(\sqrt{1 + \frac{r_0^2}{u^2}} - 1 \right) + \frac{r_0^2}{u} \ln \left(\frac{u}{r_0} + \sqrt{1 + \frac{u^2}{r_0^2}} \right) \right]. \quad (3.8)$$

В итоге, вдали от концов микропровода, в области однородности намагниченности, значение J_0 определяется требованием минимальности магнитной энергии для бесконечного микропровода (3.5), а ширина концевой доменной стенки u – требованием минимума дополнительной энергии, обусловленной наличием КДС, $\Delta E_m = \Delta E_{m1} + \Delta E_{m2}$ из (3.6), (3.8). При этом, условие минимума, $\partial \Delta E_m / \partial u = 0$, находится при уже найденной величине J_0 .

Последнее требование, при условии $r_0 / u \ll 1$, приводит к трансцендентному уравнению

$$K_0 = K_1(t) = \frac{1}{t^2} \ln(t) - \frac{1,5 - \ln(2)}{t^2}, \quad (3.9)$$

в безразмерных переменных:

$$t = \frac{u}{r_0}; \quad K_0 = \frac{2H_x}{\xi J_0} \pm \frac{4H_a}{3\xi J_s}, \quad (3.10)$$

где верхний знак в (3.10) соответствует Fe микропроводам, а нижний знак Co микропроводам, $\xi = 0,8$ является подгоночным множителем [120]. Таким образом, равенство (3.9) дает связь ширины концевой домена u с параметрами материала J_s и H_a , радиусом микропровода r_0 и величиной внешнего поля H_x .

Отметим, что $K_1(t)$ является скоростью уменьшения безразмерной магнитостатической энергии взаимодействия магнитных зарядов внутри концевой домена при увеличении ее ширины, а K_0 - скоростью увеличения безразмерной добавочной энергии намагниченности в поле анизотропии и во внешнем поле внутри концевой домена при его уширении.

Уравнение (3.9) можно решить графически, находя точку пересечения графика функции $K_1(t)$ с горизонтальной линией, соответствующей значению K_0 . Значения K_0 могут быть вычислены в соответствии с (3.10) по известным характеристикам микропровода найденным, например, из экспериментальных петель гистерезиса.

В качестве примера на рисунке 3.21 приведены решения уравнения (3.9) для нескольких исследованных микропроводов №№ 1-4 (Таблица 3.5) во внешних магнитных полях разной величины, в диапазоне безразмерных значений ширины концевой домена, $50 < u/r_0 < 150$ [120]. В Таблице 3.5 обобщены итоговые данные, полученные из профилей магнитной индукции для ряда исследованных микропроводов, включая микропровода на основе железа. Во втором столбце Таблицы 3.5 указаны диаметры металлической жилы микропроводов, в третьем столбце даны значения внешних магнитных полей H_x , в четвертом столбце – соответствующие им максимальные значения $B_{zm}(x)$ профилей магнитной

индукции образцов микропроводов, в пятом столбце – расчетные значения высоты сканирования, z , в шестом столбце – рассчитанные ширины концевых доменов, u , и в седьмом столбце – величины намагниченности в центральной части микропровода, J_0 . Значения ширины концевых доменов, вычисленные с помощью предложенных формул (3.9, 3.10), указаны в столбце на Рисунке 3.21 и находятся в хорошем согласии с данными, полученными с помощью вариационной процедуры (Таблица 3.5).

Анализируя полученные формулы (3.9) и (3.10) можно заметить, что в них ширина концевой домена u входит только в виде отношения u/r_0 , так как параметр K_0 не зависит ни от u , ни от r_0 . Из этого следует, что при неизменных J_s , H_a и H_x ширина u будет строго пропорциональна r_0 для обоих типов микропроводов. Кроме того, из формулы (3.9) и Рисунок 3.21 следует, что с увеличением параметра K_0 ширина u монотонно уменьшается.

Таблица 3.5 Экспериментальные и расчетные параметры исследованных микропроводов

Образец #	d (μm)	H_x (A/m)	B_z m exp (nT)	z (mm)	u (mm)	J_0 (A/m)
#Co1.a	18,1	67	5900	1,1	1,2	$3,8 \cdot 10^5$
#Co1.b	18,1	336	9400	1,1	0,65	$4,6 \cdot 10^5$
#Fe1	5	0	3230	0,5	0,3	$9,5 \cdot 10^5$
#Fe2	10	0	8720	0,6	0,66	$9,2 \cdot 10^5$
#Fe3.a	15,8	0	10180	1,3	1,0	$9,9 \cdot 10^5$
#Fe3.b	15,8	388	12220	1,3	0,4	$1,1 \cdot 10^6$
#Fe3.c	15,8	-85	9090	1,3	1,9	$1,0 \cdot 10^6$
#Fe3.d	15,8	-99	-10100	1,3	0,9	$9,3 \cdot 10^5$

В случае Fe микропроводов (верхний знак в (3.10)), с увеличением внешнего магнитного поля H_x параметр K_0 всегда монотонно возрастает. Тогда с увеличением H_x , ширина концевой домена u должна уменьшаться с нарастающей скоростью. Далее, в области нулевых и слабых отрицательных магнитных полей H_x и типичных магнитных параметрах микропровода, параметр K_0 достаточно мал ($\sim 10^{-3} \div 10^{-4}$). Это означает, что в микропроводах с радиусом $r_0 \sim 0,01$ mm, ожидаемая ширина концевой домена должна иметь размер $u \sim 1$ mm. Еще одна особенность это скачкообразное уменьшение ширины концевой

домена, которое должно наблюдаться при перевероте намагниченности ($J_0 \rightarrow -J_0$) микропровода в магнитном поле $H_x = -H_c$ (H_c – коэрцитивная сила). Такое поведение связано со скачкообразным увеличением параметра K_0 (при перемагничивании микропровода) за счет изменения знака первого слагаемого в выражении (3.10).

Особенности поведения концевой домена в Co-rich микропроводах (нижний знак в (3.10)) должны проявляться в области сравнительно слабых внешних магнитных полей, $H_x < H_a$. В этой области полей, условие равновесия $\partial w_m / \partial J_0 = 0$ приводит, с учетом (1), к $J_0 = H_x J_s / H_a$. В этой ситуации из (3.10) получаем, что $K_0 = 2H_a / 3\xi J_s$, т.е. ширина концевой домена u должна иметь фиксированное значение, не зависящее от величины H_x . В области магнитных полей $H_x > H_a$, из-за наличия разных знаков в выражении для параметра K_0 в (3.10), ширина концевой домена в кобальтовых микропроводах должна быть несколько больше, чем в железных микропроводах.

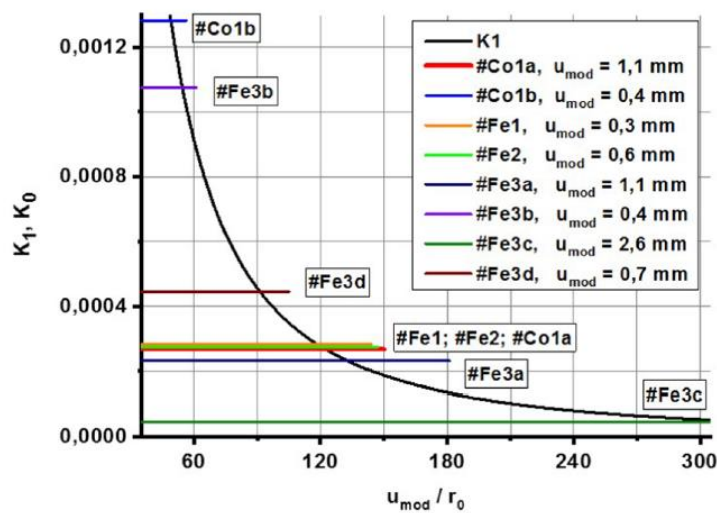


Рисунок 3.21. Графическое определение ширины КДС по известным характеристикам материала J_s , H_a и заданного внешнего поля H_x для образцов №№ 1-4.

3.5 Выводы по главе 3

В главе представлены результаты исследований изготовленных в НИТУ МИСИС серий аморфных микропроводов состава Fe-Co-Cr-Si-B в стеклянной оболочке. Установлено, что в исходном состоянии (после изготовления), среди микропроводов с разным содержанием Cr, наилучшие магнитомягкие свойства (малая величина коэрцитивной силы, низкое значение поля анизотропии, линейность петли гистерезиса) и максимальный, более 100 %, магнитоимпедансный отклик наблюдался в микропроводах с составом металлической жилы $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_1$. Данный состав был отобран для дальнейшего изготовления серий микропроводов при различных технологических режимах и последующей термообработки.

Показано, что специальная термообработка методом контролируемого Джоулева нагрева позволяет значительно улучшить их магнитомягкие свойства и получить микропровода с высокими магнитоимпедансными характеристиками (до 300 % и выше).

Установлено влияние микролегирования хромом в терморезистивные свойства микропроводов системы $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ ($x = 0, 2, 4, 6$ ат.%), проявляющееся в аномальном характере температурной зависимости электрического сопротивления микропроводов в аморфном состоянии.

С использованием метода сканирующей ГМИ-магнитометрии определены размеры замыкающих магнитных доменов и распределение продольной компоненты намагниченности в отрезках микропроводов во внешних продольных магнитных полях. В области внешних магнитных полей меньше поля анизотропии ($H_x < H_a$), ширина замыкающих магнитных доменов $u \sim 1,5$ мкм и практически не зависит от величины приложенного поля, а величина продольной намагниченности центральной области образца микропровода уменьшается пропорционально внешнему полю.

Глава 4. Температурные датчики сопротивления (ТДС) на основе Co микропроводов

В главе 3 детально исследованы электрические свойства аморфных микропроводов $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ ($x = 0, 2, 4, 6$) [121]. Описано влияние температуры, структурной релаксации при нагреве и концентрации Cr на величину сопротивления. В данной главе рассмотрено поведение электросопротивления при кристаллизации микропроводов. Изучение кристаллизованных микропроводов из аморфных сплавов с различным содержанием хрома было выполнено в рамках Стратегического проекта № СП1 и представлено в отчете [91].

Систематическое изучение влияния химического состава и структурно-фазового состояния сплава на его электрические характеристики необходимо для получения материалов с заданными свойствами. Это особенно важно для применения микропроводов в качестве чувствительных элементов температурных датчиков сопротивления (ТДС), поскольку они должны одновременно иметь и высокое удельное электросопротивление и высокий температурный коэффициент сопротивления.

Представленные в данной главе результаты комплексного анализа структурных, теплофизических и электрических свойств микропроводов позволили установить, что наибольшим значением ТКС обладает закристаллизованный сплав состава $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$. Микропровода этого состава и были использованы при изготовлении модельных образцов ТДС, в которых роль чувствительного элемента выполняет отрезок закристаллизованного микропровода [122].

4.1 Электрические свойства микропроводов состава Co-Fe-Cr-Si-B в кристаллизованном состоянии

В данном разделе представлены результаты исследования ферромагнитных микропроводов Co-Fe-Cr-Si-B в процессе кристаллизации и в закристаллизованном состоянии. Кристаллизованные образцы получали путем термической обработки исходных аморфных микропроводов. Геометрические размеры и электрические характеристики исходных аморфных микропроводов приведены в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Геометрические и электрические параметры микропроводов

Параметр	Cr 0	Cr 2	Cr 4	Cr 6
d, мкм (изм. 1)	18,7	13,3	20,0	13,8
d, мкм (изм. 2)	16,5	13,5	20,2	13,4
d, мкм (изм. 3)	16,2	13,1	20,1	13,3
R, Ом (изм. 1)	322	689	445	959
R, Ом (изм. 2)	555	798	424	992
R, Ом (изм. 3)	573	972	438	993
ρ , Ом·м (изм. 1)	$8,8 \cdot 10^{-7}$	$9,6 \cdot 10^{-7}$	$14,0 \cdot 10^{-7}$	$14,4 \cdot 10^{-7}$
ρ , Ом·м (изм. 2)	$1,2 \cdot 10^{-6}$	$1,1 \cdot 10^{-6}$	$13,6 \cdot 10^{-7}$	$14,0 \cdot 10^{-7}$
ρ , Ом·м (изм. 3)	$1,2 \cdot 10^{-6}$	$1,3 \cdot 10^{-6}$	$13,9 \cdot 10^{-7}$	$13,8 \cdot 10^{-7}$
$\rho_{\text{ср}}$, Ом·м	$(1,08 \pm 0,13) \cdot 10^{-6}$	$(1,3 \pm 0,1) \cdot 10^{-6}$	$(1,38 \pm 0,02) \cdot 10^{-6}$	$(1,41 \pm 0,04) \cdot 10^{-6}$

Температуры фазовых превращений, исследуемых аморфных микропроводов на разных стадиях кристаллизации, определялись с использованием метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Фазовый анализ образцов проводился методом порошковой рентгеновской дифракции с применением источника синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов» с использованием монохроматического излучения с длиной волны $\lambda = 0,74 \text{ \AA}$. Изучение изменения электросопротивления аморфных микропроводов в процессе их кристаллизации и в полностью закристаллизовавшихся состояниях,

проводилось в интервале температур (25 – 700) °С по методике, описанной в [122].

4.1.1 Фазовые превращения в процессе кристаллизации

Эксперименты по определению температурных интервалов и последовательности фазовых переходов осуществлялись методом ДСК в среде аргона. Измерения выполнялись при нагреве образцов массой 3–10 мг со скоростью 10 °С/мин вплоть до 600 °С. Соответствующие калориметрические кривые для составов Cr₀, Cr₂, Cr₄ и Cr₆ продемонстрированы на рисунке 4.1. Анализ полученных данных указывает на двухстадийный характер кристаллизации всех исследуемых микропроводов. На зависимостях ДСК отчетливо фиксируются два экзотермических пика в диапазоне 480–600 °С. Схожий вид калориметрических кривых при нагревании до 700 °С ранее отмечался для быстрозакаленных аморфных лент систем Co₆₈Cr₄Fe₄Si₁₃B₁₁ и Co₆₇Cr₇Fe₄Si₈B₁₄ [123,124]. Наличие двух тепловых эффектов обусловлено тем, что каждому экзопику отвечает выделение из метастабильной матрицы одной конкретной кристаллической фазы либо совместное зарождение нескольких фаз по эвтектическому механизму.

Легирование исследуемой системы хромом смещает точку начала кристаллизационных процессов в область более высоких температур, что одновременно приводит к падению интенсивности тепловыделения на первом этапе превращения [81]. Точные значения температурных порогов для первой и второй стадий кристаллизации всех изученных составов систематизированы в таблице 4.2.

Таблица 4.2. Температуры начала первой (T_{c1}) и второй (T_{c2}) стадий кристаллизации исследуемых микропроводов.

Образец	Cr ₀	Cr ₂	Cr ₄	Cr ₆
T_{c1} , °C	~480	~492	~504	~516
T_{c2} , °C	~555	~575	~565	~548
$\Delta T = T_{c2} - T_{c1}$, °C	~75	~83	~61	~32

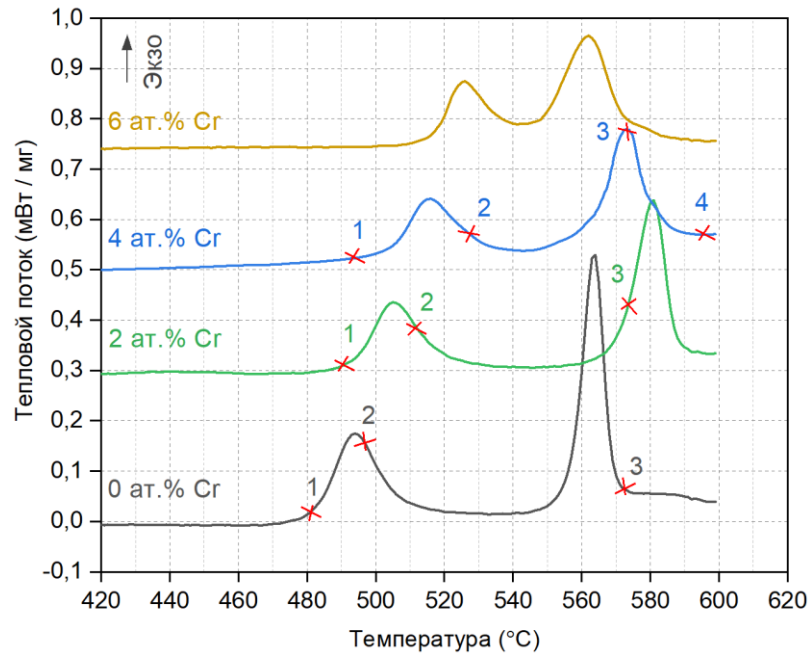


Рисунок 4.1 – Калориметрические кривые (ДСК) для микропроводов с различным содержанием хрома (0–6 ат. % Cr). Крестами на графиках указаны температурные точки, до которых выполнялся нагрев образцов перед проведением рентгеноструктурного анализа [122].

Подробный анализ структурно-фазовых переходов был выполнен для микропроводов серий от Cr₀ до Cr₄. Результаты рентгеноструктурных исследований (РФА) свидетельствуют о том, что кинетика кристаллизации данных сплавов имеет определенные различия.

На рисунке 4.2 продемонстрированы дифракционные спектры образцов Cr₀, Cr₂ и Cr₄, прошедших термическую обработку при температурах, которые отвечают конкретным этапам структурных превращений, а также приведены итоги их идентификации. Соответствующие температурные режимы зафиксированы крестами на калориметрических кривых (см. рисунок 4.1).

Обобщенная информация о качественном фазовом составе изученных систем представлена в таблице 4.3. Ниже приведено общее описание протекающих процессов, а их детальное описание процессов на различных стадиях кристаллизации сделано в работах [122].

Таблица 4.3 – Фазовый состав аморфных сплавов (0–4 ат. % Cr) в процессе кристаллизации

Позиция на ДСК- кривых	$\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr_0)	$\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{Cr}_2\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr_2)	$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ (Cr_4)
1	Co_2Si (ОЦК)	Co (ГПУ) + Co_2Si (ОЦК)	Co (ГПУ) + Co_2Si (ОЦК)
2	Co_2Si (ОЦК) + Co (ГПУ) + $[\text{Fe}$ (ОЦК)]	Co (ГПУ) + Co_2Si (ОЦК) + $[\text{Co}_{23}\text{B}_6$ (ГЦК) + Co_4B (ОР) + Co_2Si (ОР)]	Co (ГПУ) + Co_2Si (ОЦК) + $[\text{Co}_{23}\text{B}_6$ (ГЦК) + Co_4B (ОР) + Co_2Si (ОР)]
3	Co (ГПУ) + Co (ГЦК) + Co_2B (ТГ) + Co_2Si (ОР)	Co (ГПУ) + Co (ГЦК) + Co_{23}B_6 (ГЦК) + Co_2B (ТГ) + Co_2Si (ОР) + $[\text{Co}_4\text{B}$ (ОР)]	Co (ГПУ) + Co_{23}B_6 (ГЦК) + Co_2Si (ОР) + Co_2B (ТГ) + $[\text{Co}_4\text{B}$ (ОР)]
4			Co (ГПУ) + Co_{23}B_6 (ГЦК) распад + Co_2Si (ОР) + Co_2B (ТГ) + $[\text{Co}_4\text{B}$ (ОР) распад]

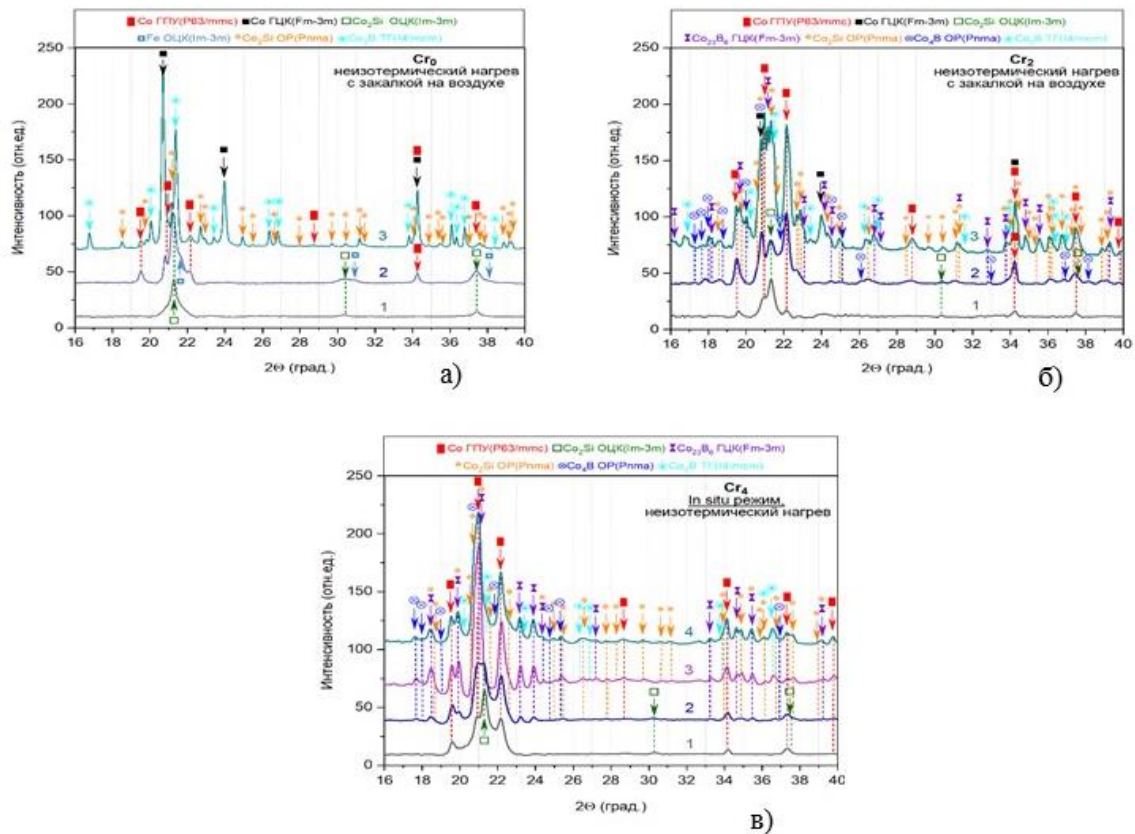


Рисунок 4.2 – Дифрактограммы и фазовый состав сплавов при кристаллизации. Номера кривых соответствуют номерам точек на кривых ДСК. Образцы Cr0 и Cr2 (а, б) измерены при комнатной температуре после соответствующего отжига с закалкой на воздухе; образец Cr4 (в) – в процессе нагрева без закалки [122]

Первичная стадия кристаллизации сплава серии Cr₀ начинается с выделения из аморфной матрицы ОЦК-фазы (метастабильный силицид), а после этого начинает формироваться основная металлическая фаза ГПУ-Со (рисунок 4.2а). По мере продолжения первой стадии кристаллизации количество ОЦК-фазы постепенно уменьшается (происходит ее превращение и растворение).

Первичная кристаллизация аморфных сплавов серий Cr₂ и Cr₄ происходит иначе. Из аморфной матрицы одновременно выделяются две кристаллические фазы – гексагональная с ГПУ-решеткой (пространственная группа P6₃/mmc) и кубическая с ОЦК-структурой (пространственная группа Im-3m) (рисунки 4.2. б,в). Их зарождение приводит к формированию ламеллярной структуры из чередующихся слоев, что типично для эвтектического распада. Особенность

процесса заключается в реализации эвтектической кристаллизации напрямую из метастабильного аморфного состояния. Образование таких конфигураций в сплавах Co-Fe-Cr-Si-B фиксировалось ранее [81], но их фазовый состав зависит от исходного соотношения компонентов.

ОЦК-фаза является силицидом на основе кобальта с примесью железа, близким по составу к Co_2Si , но с меньшим содержанием Cr и Fe. Ее решетка отличается от орторомбической структуры стабильного силицида Co_2Si (группа Pnma). По данным ICDD PDF-4+, эта фаза относится к структурному типу $\text{Fe}_{0,67}\text{Si}_{0,33}$ ($a = 2,81$ ангстрем), что соответствует твердому раствору замещения $(\text{Co}, \text{Fe})_2\text{Si}$. Это доказывает, что на начальной стадии кристаллизации формируется метастабильная ОЦК-фаза силицида, а не термодинамически равновесный орторомбический аналог.

Ключевой особенностью протекания начального этапа кристаллизации является поведение бора. Хотя в исходном сплаве содержится 11 ат. % бора, обе зарождающиеся фазы (ГПУ-Со и ОЦК-силицид) на первом этапе им не насыщаются. Обладая низкой растворимостью в этих структурах, бор выталкивается в остаточную аморфную матрицу. Это приводит к образованию вокруг кристаллов обогащенного бором слоя, который служит диффузионным барьером. Необходимость диффузии атомов Co, Fe, Si и Cr сквозь эту зону жестко лимитирует кинетику роста фаз на первой стадии. Бор входит в состав кристаллических структур только на более поздних этапах термообработки при формировании стабильных боридов Co_{23}B_6 , Co_4B и Co_2B .

При дальнейшей термообработке метастабильная ОЦК-фаза разрушается (рисунок 4.2) вследствие ее полиморфного перехода в стабильный орторомбический силицид Co_2Si . Этот процесс может сопровождаться частичным растворением ОЦК-кристаллитов в ламеллярной структуре и диффузией кремния в слой гексагонального кобальта.

Перераспределение кремния и его растворение в ГПУ-Со имеет определяющее значение для последующей фазовой стабильности системы.

Согласно диаграмме состояний Co-Si [125], присутствие кремния в твердом растворе приводит к заметному расширению температурных границ устойчивости гексагональной модификации кобальта (эпсилон-Co). В результате ГПУ-матрица сохраняет стабильность в температурных диапазонах, существенно превышающих точку классического полиморфного превращения ГПУ-Co $\rightarrow$ ГЦК-Co для чистого кобальта (427 °C). Таким образом, растворенный кремний выступает в роли эффективного стабилизатора гексагональной конфигурации, позволяя ГПУ-фазе оставаться главной структурной составляющей материала даже после высокотемпературного отжига.

Вторая стадия кристаллизации в сплавах серий Cr₀ и Cr₂ происходит с образованием ГЦК-Co и уменьшением количества ГПУ-Co. В сплаве серии Cr₄ образование ГЦК-Co не наблюдалось.

Выше второй стадии кристаллизации, при температурах ближе к 600 °C, сплавы состоят из твердых растворов на основе металлических фаз ГПУ-Co и ГЦК-Co, а также равновесных фаз Co₂B и Co₂Si. В сплавах с хромом наблюдается значительное количество метастабильного борида (Co, γ , Fe)₂₃B₆.

4.1.2 Электрические свойства при кристаллизации микропроводов

Рисунок 4.3 иллюстрирует изменение относительного электросопротивления $r(T) = R(T)/R_{25^\circ\text{C}}$ ферромагнитных микропроводов Cr₀, Cr₂ и Cr₄ в цикле «нагрев (10 °C/мин) – охлаждение» до и после полной кристаллизации.

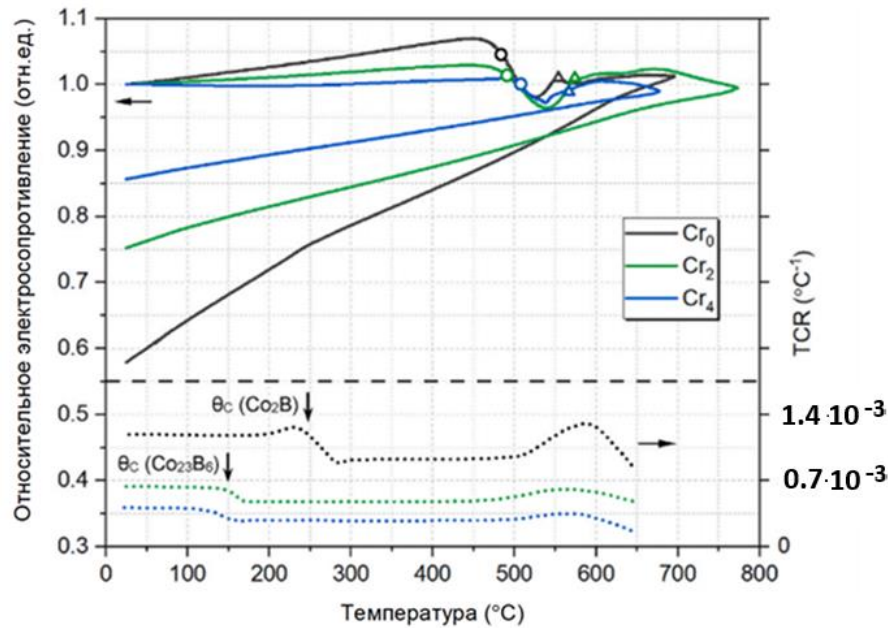


Рисунок 4.3 — Терморезистивные зависимости относительного сопротивления r серий микропроводов Cr_0 , Cr_2 и Cr_4 при Джоулевом нагреве ($10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$) до их полной кристаллизации (верхний график), а также ТКС микропроводов в кристаллическом состоянии (нижний график) [122]

В исходном аморфном состоянии электросопротивление образцов Cr_0 и Cr_2 плавно увеличивается с ростом температуры, тогда как для состава Cr_4 наблюдается противоположная тенденция – слабое монотонное снижение $r(T)$, обусловленное отрицательным значением ТКС (см. таблицу 4.4). При нагреве до $480\text{--}510\text{ }^{\circ}\text{C}$ инициируется первая стадия кристаллизации, сопровождающаяся резким падением величины $r(T)$ вследствие формирования первых кристаллических фаз. Непосредственно перед началом кристаллизации на кривой состава Cr_0 фиксируется локальный пик относительного сопротивления, предположительно связанный с магнитной аномалией вблизи точки Кюри, предшествующей структурному превращению. После прохождения локального минимума сопротивление снова демонстрирует рост, проходя через вторую стадию структурных превращений в интервале $570\text{--}600\text{ }^{\circ}\text{C}$. Выше $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, когда материал полностью переходит в кристаллическое состояние, температурная зависимость приобретает близкий к линейному характер.

Введение хрома заметно трансформирует характер процесса. Повышение концентрации Cr смещает температуру начала структурных превращений в высокотемпературную область (от ~ 480 °С для Cr_0 до ~ 504 °С для Cr_4). Соответственно, первый локальный минимум сопротивления для состава Cr_0 регистрируется при ~ 535 °С, тогда как для образца Cr_4 он сдвигается к ~ 550 °С. По завершении кристаллизации температурный коэффициент сопротивления (ТКС) сплавов Cr_0 и Cr_2 возрастает на порядок по сравнению с аморфным состоянием, тогда как для состава Cr_4 наблюдается смена знака ТКС с отрицательного на положительный при сохранении близкой по модулю величины, что отчетливо иллюстрирует нижняя часть графика [122].

Количественные значения удельного электросопротивления $\rho_{20^\circ\text{C}}$ и ТКС аморфных и кристаллических образцов, подтверждающие описанные выше тенденции, систематизированы в таблице 4.4.

Таблица 4.4 – Удельное сопротивление и ТКС исследуемых микропроводов до и после кристаллизации

Образцы	$\rho_{20^\circ\text{C}}$ аморф., 10^{-6} Ом·м	ТКС аморф. (20– 80 °С), 10^{-3} 1/°С	$\rho_{20^\circ\text{C}}$ кристалл., 10^{-6} Ом·м	ТКС кристалл. (20–80 °С), 10^{-3} 1/°С	$\Delta\rho/\rho_{20}$, %
Cr₀	1,18	0,13	0,68	1,35	42,4
Cr₂	1,26	0,059	0,95	0,54	24,6
Cr₄	1,38	–0,28	1,18	0,27	14,5

Как показывают данные таблицы 4.4, снижение ТКС кристаллизованного сплава с ростом содержания хрома имеет физическую природу, связанную с фазовым составом продуктов кристаллизации. Нижняя панель рисунка 4.3 раскрывает эту связь. Показан ТКС, ассоциированный не с составом сплава в целом, а с конкретными боридными фазами, образующимися на финальных стадиях кристаллизации. Для фазы Co_2B величина ТКС составляет $\sim 1,4 \cdot 10^{-3}$ °С⁻¹, тогда как для фазы $Co_{23}B_6$ – заметно ниже, $\sim 0,7 \cdot 10^{-3}$ °С⁻¹. Различие в фазовом составе кристаллизованных образцов (см. таблицу 4.3), в частности присутствие или отсутствие фазы $Co_{23}B_6$ в зависимости от концентрации хрома, напрямую

объясняет наблюдаемое снижение результирующего ТКС сплава при увеличении содержания Cr.

Корреляция Муиджа (Moosj) связывает температурный коэффициент сопротивления (ТКС) и удельное сопротивление сильно разупорядоченных металлических систем [101]. С увеличением остаточного сопротивления ТКС монотонно снижается и при превышении критического порога ρ меняет знак на отрицательный.

С увеличением содержания хрома ТКС исследуемых аморфных микропроводов монотонно снижается от $+0,13 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (Cr_0) до $-0,28 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (Cr_4) (таблица 4.4). Смена знака ТКС для образца Cr_4 указывает на переход в режим отрицательного температурного коэффициента, обусловленный доминированием квантовых поправок над классическим фононным вкладом [126]. После кристаллизации структура упорядочивается, остаточное сопротивление резко падает, а ТКС становится положительным во всем диапазоне составов, что отражает фундаментальные различия в механизмах проводимости аморфного и кристаллического состояний.

Для количественного анализа температурных зависимостей электросопротивление ρ ферромагнитных сплавов с металлической проводимостью представляют в виде суперпозиции независимых вкладов:

$$\rho = \rho_0 + \rho_{\text{ph}} + \rho_{\text{m}} + \rho_{\text{e}}, \quad (4.1)$$

где ρ_0 – остаточное сопротивление, ρ_{ph} – фононный вклад, ρ_{m} – магнонный вклад, а ρ_{e} – квантовая поправка, обусловленная сильным структурным разупорядочением.

Фононная компонента ρ_{ph} определяется рассеянием электронов на тепловых колебаниях: при температурах ниже половины Дебаевской температуры она имеет степенной характер, а при $T > \theta_D$ растет линейно.

$$\rho_{\text{ph}} \sim \left(\frac{T}{\theta_D}\right)^2 \text{ при } T < \frac{\theta_D}{2} \quad (4.2)$$

$$\rho_{\text{ph}} \sim \frac{T}{\theta_D} \text{ при } T > \theta_D \quad (4.3)$$

Магнитный (магنونный) вклад ρ_m обусловлен рассеянием носителей тока на спиновых волнах. В низкотемпературной области он пропорционален квадрату температуры, а выше точки Кюри ($T > \theta_C$) выходит на насыщение:

$$\rho_m \sim T^2 \text{ при } T \ll \theta_C \quad (4.4)$$

$$\rho_m = \text{const при } T > \theta_C \quad (4.5)$$

В исходном аморфном состоянии за счет отсутствия дальнего кристаллического порядка возникает дополнительный вклад ρ_e , вызванный квантовой интерференцией электронных волн (эффектом слабой локализации). Его температурная зависимость имеет вид:

$$\rho_e \sim T^{-0,5} \quad 4.6)$$

Поскольку $d\rho_e/dT < 0$, данный вклад конкурирует с положительным фононным членом ($d\rho_{ph}/dT > 0$). Конкуренция этих производных и определяет знак результирующего ТКС аморфного сплава, формируя физическую основу корреляции Муиджа. В образце Cr_4 за счет высокого удельного сопротивления отрицательный вклад $d\rho_e/dT$ по модулю превосходит фононный, что и приводит к наблюдаемому экспериментально отрицательному значению ТКС (таблица 4.4) [101].

В аморфных Со-сплавах легирование хромом приводит к интенсификации процессов кластеризации и изменению химического ближнего порядка при нагреве. Образующиеся неоднородности выступают в роли дополнительных центров рассеяния, усиливающих квантовую интерференцию электронных волн. Это обуславливает аномально высокий вклад слабой локализации ρ_e в общее электросопротивление. С ростом концентрации Cr этот вклад закономерно увеличивается, что приводит к монотонному снижению ТКС сплавов. В кристаллическом состоянии из-за устранения структурного беспорядка поправка ρ_e нивелируется, вследствие чего ТКС закристаллизованных образцов существенно выше, чем аморфных.

Микропровод Cr_0 , не содержащий хрома, наименее чувствителен к подобным структурным перестройкам, а вклад квантовой составляющей ρ_e в его сопротивление минимален. В результате данный состав демонстрирует наибольшее значение ТКС среди всей исследованной серии образцов.

Анализ фазового состава свидетельствует о взаимной нерастворимости элементов: бориды не содержат кремния, а силициды – бора. При этом от 25 % (для сплава Cr_4 с фазой Co_{23}B_6) до 55 % (для сплава Cr_0 с фазой Co_2B) от общего количества кремния растворено в кобальтовой матрице, тогда как его оставшаяся часть входит в состав силицида Co_2Si . Поскольку доля немагнитной силицидной фазы Co_2Si с низкой проводимостью невелика, а количество атомов металлов в боридах значительно превышает их содержание в силицидах, образование Co_2Si не оказывает определяющего влияния на изменение электросопротивления и ТКС при легировании хромом. Полученные оценки распределения элементов между фазами хорошо согласуются с микроструктурой и подтверждают, что электрические свойства кристаллизованных сплавов главным образом определяются проводимостью металлической матрицы на основе кобальта и высокопроводящих боридных фаз.

Зависимость электросопротивления полностью закристаллизованных сплавов от концентрации хрома определяется совокупностью нескольких факторов. Рост удельного сопротивления $\rho_{25^\circ\text{C}}$ в 1,74 раза при введении 4 ат. % Cr обусловлен, во-первых, уменьшением объемной доли высокопроводящей металлической фазы в структуре.

Во-вторых, замещение атомов матрицы хромом приводит к локальным искажениям кристаллической решетки из-за разности атомных радиусов элементов. Это интенсифицирует процессы примесного рассеяния электронов и закономерно повышает остаточное сопротивление ρ_0 . Стоит отметить, что вносимые хромом изменения в фононный спектр и температуру Дебая твердых растворов пренебрежимо малы при данных концентрациях легирования, поэтому фононный вклад в ТКС остается стабильным.

В-третьих, легирование хромом существенно перестраивает электронную структуру. Часть подвижных 4s-электронов заполняет его 3d-оболочку. В основном состоянии электронная конфигурация хрома имеет вид $[\text{Ar}] 3d^5 4s^1$, в то время как у кобальта и железа она составляет $[\text{Ar}] 3d^7 4s^2$ и $[\text{Ar}] 3d^6 4s^2$ соответственно. Данный переход снижает концентрацию электронов проводимости n , волновой вектор Ферми k_F и подвижность Ферми-электронов μ_F . Такой эффект фиксировался ранее для аморфной системы Co-Fe-Cr-Si-B. Удельное сопротивление в этом случае выражается формулой:

$$\rho = 1/(ne\mu_F). \quad (4.7)$$

В формуле (4.7) n – это концентрация электронов проводимости, e – заряд электрона, а μ_F это подвижность носителей на уровне Ферми, которая в аморфных системах ограничивается длиной свободного пробега, сравнимой с межатомным расстоянием. Легирование хромом уменьшает два этих параметра: концентрация n падает вследствие захвата 4s-электронов, а подвижность μ_F снижается из-за дополнительного рассеяния на примесных центрах и структурных особенностях кристаллической решетки. Падение произведения $(n \cdot e \cdot \mu_F)$ обуславливает закономерный рост удельного электросопротивления ρ во всем исследованном температурном диапазоне.

Согласно литературным данным [127], силицид Co_2Si имеет высокое удельное сопротивление: $\rho_{25^\circ\text{C}} = (1,90...2,13) \cdot 10^{-6}$ Ом·м., в то же время для борида Co_2B оно составляет $0,66 \cdot 10^{-6}$ Ом·м. Более высокая плотность электронных состояний на уровне Ферми в фазе Co_{23}B_6 по сравнению с Co_2B предопределяет и его повышенное удельное сопротивление. В соответствии с корреляцией Муиджа рост базового сопротивления фаз приводит к снижению их ТКС, что согласуется с экспериментом (таблица 4.4).

Присутствие хрома в ферромагнитных фазах (кобальтовой матрице и боридах) снижает средний магнитный момент μ на атом металла и понижает точку Кюри θ_C . Это ослабляет магнотное рассеяние и уменьшает долю магнитной составляющей ρ_m в общем сопротивлении, максимальной при $T = \theta_C$. Данный

фактор наглядно проявляется в характере изменения ТКС в области температур чуть ниже точек Кюри соответствующих магнитных фаз (рисунок 4.3, нижняя панель). Для температурных зависимостей ТКС полностью кристаллизованных сплавов Cr_0 , Cr_2 и Cr_4 характерны стабильность в области средних температур, рост при $T > 450^\circ\text{C}$ и последующий спад выше $550\text{--}600^\circ\text{C}$. Рост ТКС обусловлен увеличением магнитного вклада ρ_m в кобальтовой матрице по мере приближения к ее точке Кюри ($\theta_C > 700^\circ\text{C}$) [128]. В ферромагнетиках зависимость ТКС от температуры при температурах ниже или равных температуре Кюри традиционно немонотонна: коэффициент сначала растет, а затем падает вблизи θ_C .

Однако наблюдаемый на рисунке 4.3 спад ТКС при $T > 550\text{--}600^\circ\text{C}$ вызван не только магнитным превращением, но и необратимыми структурными процессами. Как показано на рисунке 4.4, изотермическая выдержка образца Cr_2 при $T \approx 650\text{--}720^\circ\text{C}$ приводит к существенному падению сопротивления. Этот эффект, не фиксируемый методами ДСК, обусловлен релаксацией внутренних напряжений, перераспределением компонентов сплава и собирательной перекристаллизацией (ростом зерен).

После кристаллизации базового сплава Cr_0 формируются фазы Co , Co_2V и Co_2Si . Немagnetный силицид Co_2Si из-за малого объемного содержания не оказывает заметного влияния на электрофизические свойства. Напротив, борид Co_2V является ферромагнетиком ($\theta_C = 156^\circ\text{C}$, $\mu = 0,76 \mu_B$). Замещение части атомов кобальта железом смещает эти характеристики в высокотемпературную область (так, для чистого Fe_2V значение $\theta_C = 744^\circ\text{C}$, $\mu = 1,9 \mu_B$). Следовательно, рост ТКС сплава Cr_0 при температурах до 250°C обусловлен магнитным превращением в легированном бориде с точкой Кюри $\theta_C \approx 250^\circ\text{C}$ [122].

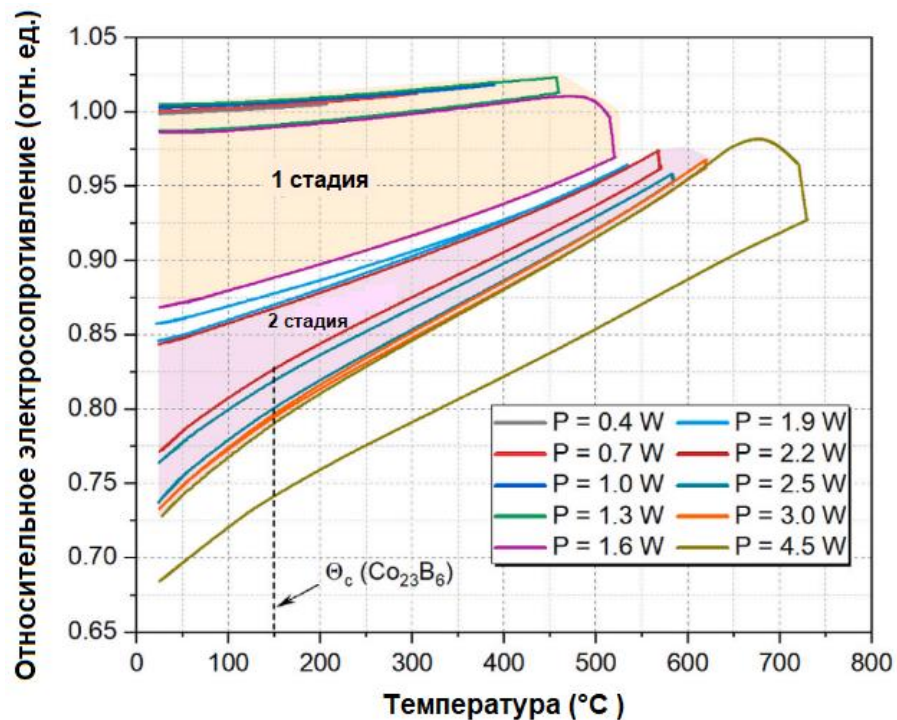


Рисунок 4.4 – Изменение относительного сопротивления образца Cr_2 в ходе 11 последовательных циклов «нагрев – выдержка – охлаждение» с пошаговым ростом максимальной температуры (скорость $10 \text{ }^\circ\text{C/мин}$, изотермический отжиг 12 минут) [122]

Соответствие полученных кривых $\rho(T)$ данным ДСК позволяет интерпретировать результаты измерений сопротивления на основе рентгеновского фазового анализа (РФА). Характер кристаллизации и сопутствующего изменения электросопротивления одинаков для всех изученных составов. На первой стадии кристаллизации наблюдается интенсивное падение сопротивления, обусловленное выделением металлической фазы со структурой ГПУ-Со. С увеличением содержания хрома величина этого спада закономерно уменьшается.

После первой стадии сопротивление локально растет из-за теплового рассеяния и выделения интерметаллидов из аморфной матрицы, а стабилизация этого роста точно отвечает окончанию второй стадии кристаллизации ($570\text{--}600 \text{ }^\circ\text{C}$).

В интервале 620–670 °С нагрев сплавов всех составов вновь сопровождается снижением сопротивления. Этот локальный провал сопротивления соответствует переходному участку кривой $r(T)$ на рисунке 4.3, предшествующему установлению практически линейного хода зависимости выше 670 °С (см. выше). Данный эффект наиболее отчетливо выражен на рисунке 4.4, где зафиксировано существенное необратимое падение сопротивления в процессе изотермической выдержки уже закристаллизованного материала. Поскольку этот процесс не сопровождается тепловыми эффектами на ДСК, его природа связана со структурной релаксацией: снятием внутренних напряжений, перераспределением компонентов сплава и собирательной перекристаллизацией.

Изменение кривых $r(T)$ на рисунке 4.4 наглядно демонстрирует, что выделение кобальтовой фазы, боридов и силицидов из аморфной матрицы приводит к росту ТКС. Кроме того, график подтверждает данные ДСК и РФА. Образование фазы Co_{23}B_6 ($\theta_{\text{C}} \approx 410$ °С) в сплаве Cr_2 инициируется при температуре около 570 °С.

4.2 Применение кристаллизованных микропроводов состава Co-Fe-Si-B для создания быстродействующих миниатюрных ТДС

В данном разделе рассматривается применение кристаллизованных микропроводов состава $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ в качестве чувствительных элементов температурных датчиков сопротивлений. Выбор указанных микропроводов обусловлен наибольшим температурным коэффициентом сопротивления, при достаточно высоком удельном сопротивлении.

4.2.1 Конструкция и технология изготовления температурного датчика сопротивления

Основой температурного датчика сопротивления (ТДС) является кристаллизованный ферромагнитный микропровод с диаметром ферромагнитной жилы ~ 18.8 мкм состава $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$. Из-за высокой хрупкости кристаллизованных микропроводов, разработанная технология изготовления ТДС состояла из двух последовательных этапов. На первом этапе из исходного образца аморфного микропровода вырезался отрезок длиной ~ 12 мм и с его концов удалялась стеклянная оболочка. Подготовленный отрезок микропровода размещался на специальной подложке (Рисунок 4.5.) и соединялся пайкой с четырьмя медными контактными площадками таким образом, чтобы он находился над прямоугольным вырезом и не касался подложки. На следующем этапе проводился отжиг микропровода постоянным током (метод Джоулева нагрева, Гл. 2.3.) непосредственно на подложке в диапазоне температур от $+25$ °C до $+700$ °C до полной кристаллизации с контролем сопротивления. Отжиг осуществлялся в режиме плавного увеличения задаваемой в микропровод мощности (нагрев) и последующего ее снижения (охлаждение). Мощность равномерно увеличивалась до 0,5 Вт в течение ~ 70 минут и снижалась до 0 Вт в течение ~ 10 минут, обеспечивая максимальную температуру нагрева образца до ~ 700 °C при равномерной скорости нагрева ~ 10 °C/мин. На рисунке 4.6.а. представлена временная зависимость прикладываемой к микропроводу мощности, а на рисунке 4.7.б. температурная зависимость нормированного электросопротивления образца при его кристаллизации [122].



Рисунок 4.5. Общий вид температурного датчика сопротивления на текстолитовой подложке [129].

Как следует из данных на рисунке 4.6.б, в процессе нагрева наблюдается монотонный рост сопротивления микропровода, который сменяется характерными перепадами в интервале температур 480–600 °С. При охлаждении уже кристаллизованного образца, его сопротивление монотонно снижается в соответствии с нижней ветвью графика. Повторные термоциклы полностью воспроизводят ход этой нижней ветви, что подтверждает высокую электрофизическую стабильность сформированной кристаллической структуры. В кристаллизованном состоянии удельное сопротивление микропровода остается достаточно высоким ($\rho_{\text{уд}} \sim 65 \text{ мкОм} \cdot \text{см}$) а температурный коэффициент сопротивления возрастает почти на порядок и достигает величины $\alpha_a = 1350 \text{ ppm/}^\circ\text{C}$ [129]. Изготовленная плата с отожженным образцом микропровода представляет собой ТДС, готовый к проведению температурной калибровки и измерению температуры.

Для сравнения, на рисунке 4.7. приведены характерные температурные зависимости сопротивления разработанного ТДС в аморфном и кристаллизованном состояниях.

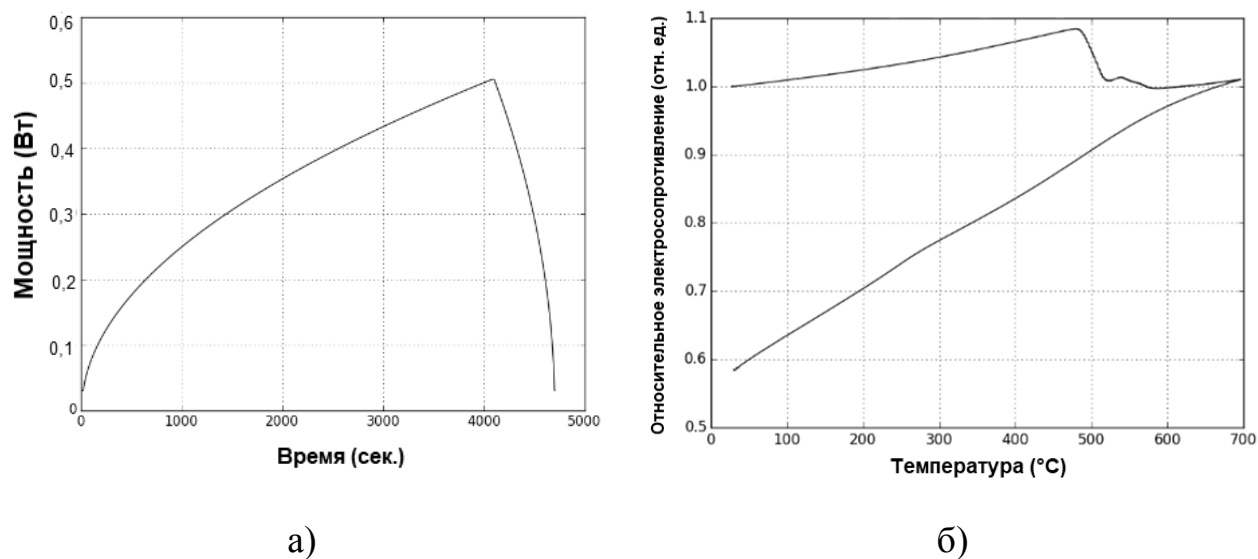


Рисунок 4.6 – Параметры Джоулевого нагрева микропровода: а) – временная зависимость прикладываемой мощности (скорость 10 °C/мин); б) – изменение нормированного сопротивления образца в ходе структурных превращений.

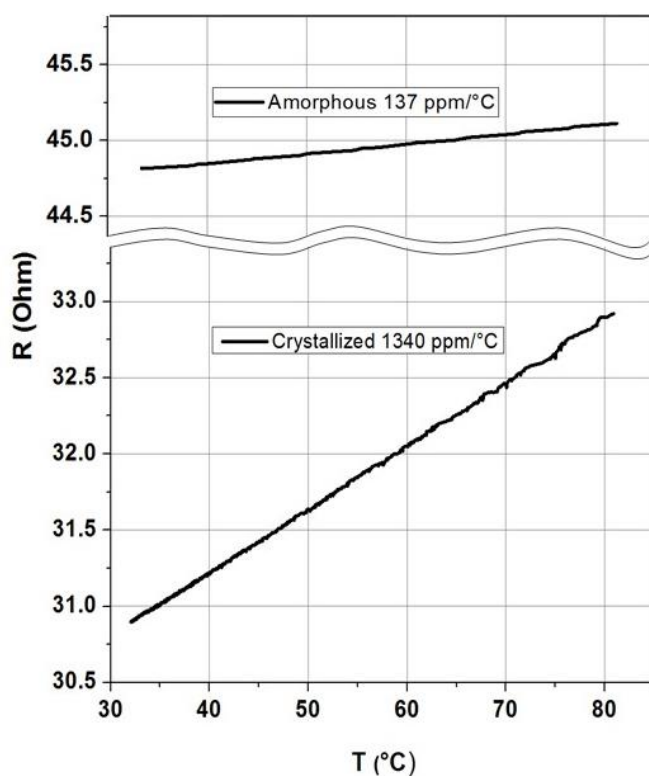


Рисунок 4.7. Характерные температурные зависимости сопротивления разработанного ТДС в аморфном и кристаллизованном состояниях [130.].

4.2.2 Калибровочные испытания ТДС

Для уменьшения влияния контактного сопротивления кристаллизованного микропровода, подключение внешних устройств к ТДС осуществлялось по четырехзондовой схеме. К первой паре контактов подключался небольшой постоянный ток смещения $I_{dc} \sim 1.5$ мА, а со второй пары контактов снималось выходное напряжение, которое усиливалось с помощью дополнительного усилителя с регулятором нулевого уровня. Функциональная схема регистратора температуры на основе ТДС приведена на рисунке 4.8. Температурная калибровка проводилась путем измерения усиленного сигнала микропровода при различной заданной температуре в диапазоне от $+20$ °С до $+90$ °С в печи. Контроль температуры осуществлялся с помощью эталонного температурного датчика LM-335, имеющего коэффициент преобразования 10 мВ/°С [131]. В процессе калибровки усиление подбиралось таким образом, чтобы коэффициент преобразования регистратора температуры составлял 10 мВ/°С, а смещение при 25 °С составляло 250 мВ. В результате были достигнуты следующие параметры ТДС:

- длина чувствительного элемента: 11 мм;
- номинальное сопротивление (при $T = 25$ °С): 30 ± 2 Ом;
- ТКС: 1350 ppm/°С;
- рабочий диапазон: $+20 \div +100$ °С;
(расширенный рабочий диапазон: $-50 \div +100$ °С);
- погрешность измерения: ± 0.2 °С;
- ток возбуждения: 1.5 ± 0.5 мА;

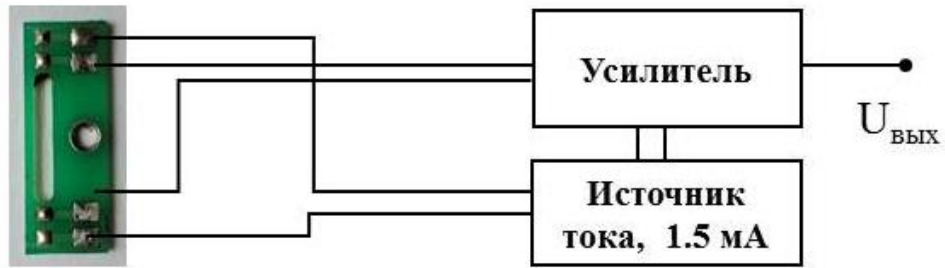


Рисунок 4.8. Функциональная схема регистратора температуры на основе ТДС.

Благодаря малым размерам, ТДС позволяет измерять температуру в локальной области с высоким быстродействием. В качестве примера на рисунке 4.9 представлены результаты измерений температуры двумя термометрами: 1) ТДС - черная линия и 2) LM-335 – красная линия при двух скачках температуры. Видно, что разработанный ТДС демонстрирует быстрый отклик на скачки температуры, а отклик LM-335 проходит с начальной задержкой (до 2 секунд), заниженным показанием температуры (в ~ 3 раза) и медленным (~ 30 секунд) выходом на текущее значение температуры [122,129].

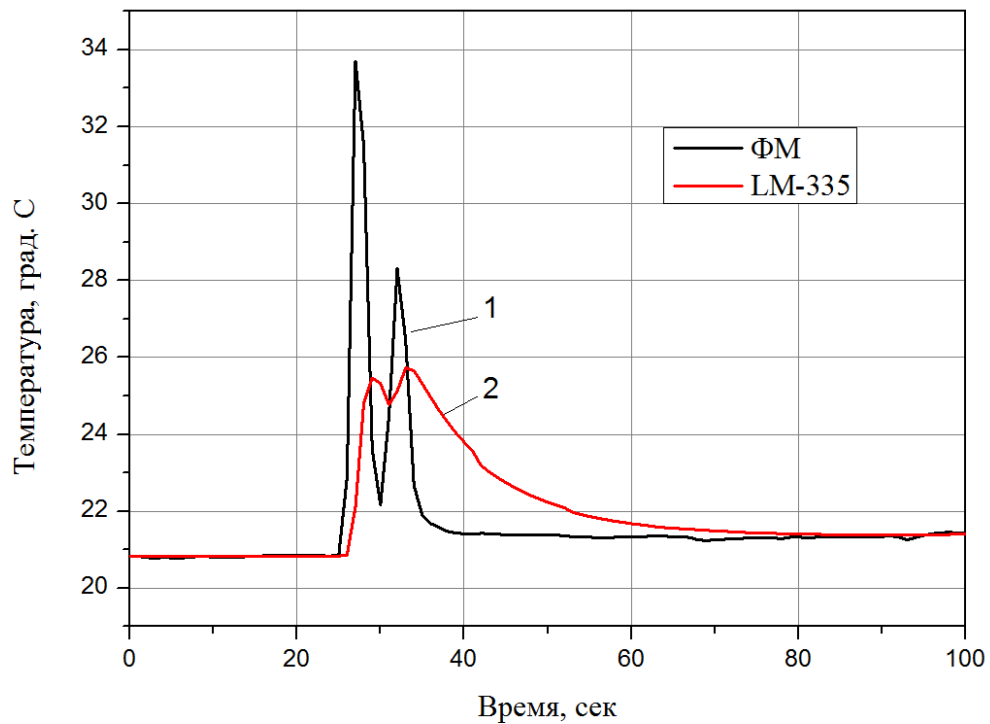


Рисунок 4.9 – Изменение температуры датчиков ТДС (1) и LM335 (2) в условиях импульсного теплового нагрева [129]

4.2.3 Магнитные свойства ТДС

Миниатюрность и быстродействие разработанных ТДС являются их главными достоинствами. Но для ряда специальных приложений важную роль могут играть и магнитные характеристики ТДС.

В связи с этим был выполнен сравнительный анализ магнитных характеристик ферромагнитных микропроводов базового состава $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ в исходном аморфном и закристаллизованном состояниях. На основе анализа полученных петель гистерезиса обнаружено, что до термической обработки образцы проявляют выраженные магнитомягкие свойства. Не закристаллизованные микропровода имеют квазилинейную форму петли перемагничивания, при этом величина их коэрцитивной силы составляет всего $H_c \sim 0,6$ Э, а поле магнитной анизотропии достигает $H_a \sim 15$ Э. После перехода

микропровода в полностью кристаллизованное состояние, магнитные свойства радикально изменились, рисунок 4.10. На петле перемангничивания зафиксировано появление уширения с коэрцитивной силой порядка 190 Э и остаточным магнитным моментом M_r , составляющим около 35 % от максимального зарегистрированного значения [128]. Для сопоставления масштабов на рисунке 4.10 в аналогичном диапазоне магнитных полей отображена петля гистерезиса исходного микропровода в аморфном состоянии (красная кривая).

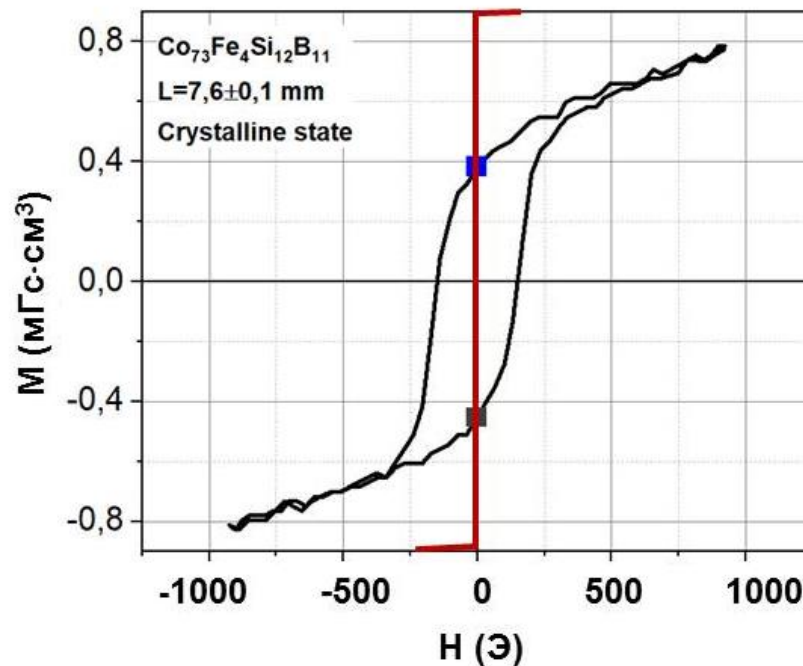


Рисунок 4.10 – Петли перемангничивания отрезка микропровода в закристаллизованном (черная кривая) [128] и исходном аморфном (красная кривая) состояниях

Величину магнитных полей рассеяния закристаллизованного микропровода, связанных с его остаточной намагниченностью, оценивали методом сканирующей ГМИ-магнитометрии (раздел 2.3). Рисунок 4.11.а демонстрирует двумерное распределение $B_z(x,y)$ компоненты остаточного магнитного поля на высоте ~ 1 мм над отрезком микропровода длиной 7,6 мм (вдоль оси X), после его намагничивания в поле 1000 Э (синяя точка на петле гистерезиса, рисунок 4.10). Изменения $B_z(x,y)$ компоненты магнитного поля наблюдаются в окрестности торцов микропровода (черный отрезок на рисунке 4.11.а). На рисунке 4.11б

показаны профили $B_z(x)$ компоненты поля, измеренные над микропроводом после его намагничивания в положительном поле (синяя кривая) и отрицательном поле (черная кривая). Для интерпретации экспериментальных данных $B_z(x)$ использовалась модель макроскопического диполя. Видно, что экспериментальный профиль (синяя кривая) хорошо согласуется с расчетным профилем (сплошная красная кривая), в котором ширина замыкающих доменов составила $u_C \sim 0,2$ мм.

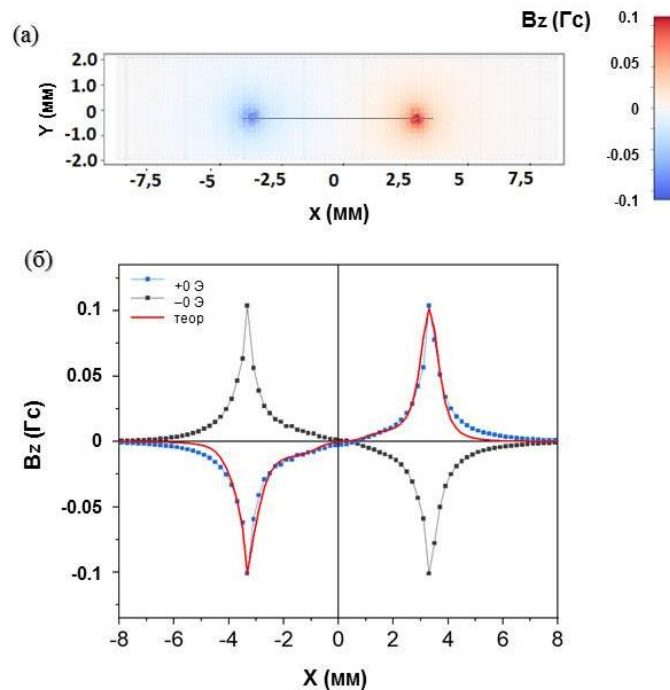


Рисунок 4.11 – Распределение B_z компоненты поля над отрезком микропровода длиной 7,6 мм на высоте ~ 1 мм после намагничивания в поле ± 1000 Э: а) – двумерное магнитное изображение; б) – экспериментальные профили $B_z(x)$ при положительном (синие точки) и отрицательном (черные точки) намагничивании. Красная линия - расчетные данные.

Полученные результаты показывают, что остаточная намагниченность даже небольшого отрезка кристаллизованного микропровода являющегося чувствительным элементом ТДС, может порождать паразитные магнитные поля, которые необходимо учитывать при работе высокочувствительных магнитных датчиков.

Апробация разработанных температурных датчиков сопротивления проводилась в ходе исследований теплопроводящих свойств композитных материалов [132], при разработке систем контроля температуры и миниатюрных температурных регуляторов [133,134].

4.3 Выводы по 4 главе

Существование на ДСК-кривых всех сплавов только двух экзотермических пиков свидетельствует, что одновременное образование двух и более фаз происходит по эвтектическому механизму. Увеличение количества хрома в аморфных сплавах приводит к повышению температуры начала 1-ой стадии кристаллизации, увеличению энергии активации E_{c1} процесса и уменьшению тепловыделения на этой стадии.

Влияние хрома на второй стадии кристаллизации микропровода обусловлено изменением фазового состава. В сплаве без хрома (Cr_0) формируются бориды Co_2B , $\alpha-Co_2Si$ и ГЦК- Co и более упорядоченная структура, что объясняет значительное увеличение температурного коэффициента сопротивления при некотором снижении удельного сопротивления. В сплавах содержащих хром подавляется ГЦК-фаза и происходит замещение Co_2B на метастабильный борид $Co_{23}B_6$, что приводит к снижению ТКС.

На основе кристаллизованных микропроводов состава $Co_{73}Fe_4Si_{12}B_{11}$, характеризующихся максимальным ТКС, предложена и запатентована конструкция и технология изготовления малобазного температурного датчика сопротивления, отличающегося повышенным быстродействием и низкой остаточной намагниченностью.

Глава 5. Эффект малоуглового вращения намагниченности и датчики механических напряжений на его основе

Точное измерение константы магнитострикции и других магнитных параметров аморфных ферромагнитных микропроводов имеет существенное значение при изучении их магнитных характеристик, а также для построения на их основе датчиков растягивающих и скручивающих напряжений. Оценка константы магнитострикции аморфных материалов может быть получена из косвенных измерений, например из измерений петли гистерезиса образца. В работах [135,136] косвенная оценка константы магнитострикции аморфных ферромагнитных микропроводов проводилась путем измерения влияния стрессовых напряжений на начальную магнитную восприимчивость ферромагнетика. Кроме того, достаточно давно для таких измерений используется метод малоуглового вращения намагниченности [137-139]. В работе [140] метод малоуглового вращения намагниченности был успешно использован для измерения констант магнитострикции набора аморфных ферромагнитных микропроводов в стеклянной оболочке. Между тем, представляется, что полный потенциал этого метода может быть раскрыт лишь при адекватном учете природы магнитной анизотропии аморфных ферромагнитных проводов, которая связана, в основном, с распределением остаточных закалочных напряжений в объеме ферромагнитного кора и стеклянной оболочки микропровода. Детальная проработка данного метода важна и с точки зрения создания нового типа датчиков механических напряжений, в которых чувствительным элементом являются аморфные ферромагнитные микропровода с уникальным сочетанием магнитных и прочностных характеристик.

5.1 Модель метода малоуглового вращения вектора намагниченности в микропроводах

5.1.1 Магнитная анизотропия аморфного микропровода в стеклянной оболочке.

Как известно [8,141-144], распределение легких осей анизотропии в аморфных ферромагнитных микропроводах определяется, в основном, магнитоупругими взаимодействиями. Их вклад существенен из-за наличия значительных закалочных напряжений, возникающих в микропроводе при быстрой закалке из расплава.

Для кобальтового микропровода, характеризующегося отрицательной константой магнитострикции, $\lambda_s < 0$, плотность магнитоупругой энергии можно записать в цилиндрических координатах (ρ, φ, z) в виде диагональной квадратичной формы [8]:

$$w_{m-el} = K[\tilde{\sigma}_{\rho\rho}\alpha_\rho^2 + \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi}\alpha_\varphi^2 + (\tilde{\sigma}_{zz} + \tilde{\sigma}_{zz}^{(a)})\alpha_z^2], \quad K = \frac{3}{2}|\lambda_s|\sigma_0, \quad (5.1)$$

где K есть номинальная константа анизотропии провода, $\sigma_0 = 100$ МПа есть характерная амплитуда закалочных напряжений, $\tilde{\sigma}_{ij} = \sigma_{ij}/\sigma_0$ ($i, j = \rho, \varphi, z$) есть приведенные компоненты тензора закалочных напряжений в цилиндрических координатах, а $\tilde{\sigma}_{zz}^{(a)} = \sigma_{zz}^{(a)}/\sigma_0$ есть приведенное приложенное напряжение растяжения. Заметим, что уравнение (5.1) есть следствие практически идеальной аксиальной симметрии аморфного микропровода в стеклянной оболочке. Для простоты, мы пренебрегаем в (5.1) малыми недиагональными поправочными членами [30], которые могут описывать свойства микропроводов со слабой геликоидальной анизотропией. Расчеты закалочных напряжений в микропроводах в стеклянной оболочке показывают [8,144] что, как правило, в области ферромагнитного кора наименьшее значение имеет азимутальная компонента

тензора закалочных напряжений, $\tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} \ll \tilde{\sigma}_{\rho\rho}, \tilde{\sigma}_{zz}$. Следовательно, магнитоупругая энергия микропровода (5.1) имеет минимум, когда единичный вектор намагниченности направлен азимутально, $\vec{\alpha} = (0, \pm 1, 0)$. Таким образом, азимутальное направление выступает в роли лёгкой оси намагничивания для микропровода с отрицательной константой магнитострикции. Отклонение вектора намагниченности в радиальном направлении энергетически невыгодно, так как оно приводит к формированию размагничивающих полей и, как следствие, к возрастанию магнитостатической энергии системы. При отклонении же вектора в продольном направлении реализуется соотношение $\alpha_\varphi^2 = 1 - \alpha_z^2$ отражающее сохранение нормировки единичного вектора. В этом случае магнитоупругая энергия (5.1) принимает вид:

$$w_{m-el} = K \left[\tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} + \left(\tilde{\sigma}_{zz} - \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} + \tilde{\sigma}_{zz}^{(a)} \right) \alpha_z^2 \right]. \quad (5.1a)$$

Из данного выражения следует, что продольное направление является трудным для намагничивания в рассматриваемом типе микропроводов. Ему соответствует эффективная константа магнитной анизотропии: $K_{ef} = K \left(\tilde{\sigma}_{zz} - \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} + \tilde{\sigma}_{zz}^{(a)} \right)$. Таким образом, магнитные свойства аморфного микропровода в стеклянной оболочке в основном определяются совокупностью трёх ключевых физических параметров: намагниченностью насыщения микропровода M_s , константой магнитострикции λ_s , и характерной амплитудой остаточных закалочных напряжений $\Delta\tilde{\sigma} = \tilde{\sigma}_{zz} - \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi}$.

5.1.2 Модель метода малоуглового вращения вектора намагниченности

Пусть аморфный микропровод на основе кобальта с радиусом металлической жилы R помещен во внешнее продольное магнитное поле H_{0z} ,

достаточно большое по сравнению с полем эффективной магнитной анизотропии провода $H_{a,ef} = 2K_{ef}/M_s$, так что $H_{0z} \gg H_{a,ef}$. Тогда намагниченность микропровода почти параллельна его оси и единичный вектор намагниченности в цилиндрической системе координат имеет вид $\vec{\alpha} = (0,0,1)$. Пусть теперь по микропроводу протекает переменный ток частоты f и амплитуды I_0 , $I = I_0 \sin(\omega t)$, где круговая частота $\omega = 2\pi f$. Под действием магнитного поля переменного тока циркулярная компонента единичного вектора намагниченности микропровода испытывает малые осцилляции с частотой ω

$$\alpha_\varphi = A(\rho) \sin(\omega t), \quad \alpha_\varphi \ll 1. \quad (5.2)$$

Появление радиальной компоненты единичного вектора намагниченности в данном случае энергетически невыгодно из-за, появления размагничивающих магнитных полей, связанных с объемными и поверхностными магнитными зарядами.

Амплитуда осцилляций $A(\rho)$ компоненты α_φ под воздействием магнитного поля переменного тока будет определена ниже. Сначала оценим величину ЭДС, которая возникает в приемной катушке, навитой на аморфный провод и имеющей N витков. Полный магнитный поток через приемную катушку равен

$$\Phi = 4\pi M_s N \int \alpha_z ds, \quad (5.3)$$

где интеграл берется по сечению металлического кора провода, а ЭДС, наводимая в катушке, есть

$$E = -\frac{1}{c} \frac{\partial \Phi}{\partial t} = -\frac{4\pi M_s N}{c} \int \frac{\partial \alpha_z}{\partial t} ds. \quad (5.4)$$

Учитывая малость циркулярной компоненты α_φ , и отсутствие радиальной компоненты единичного вектора намагниченности, для продольной компоненты этого вектора в низшем порядке по α_φ находим, $\alpha_z = \sqrt{1 - \alpha_\varphi^2} \approx 1 - \alpha_\varphi^2/2$. С учетом соотношения

$$\frac{\partial \alpha_z}{\partial t} = -\frac{\omega}{2} \sin(2\omega t) A^2(\rho),$$

получаем

$$E = \frac{4\pi^2 M_s N \omega}{c} \sin(2\omega t) \int_0^R A^2(\rho) \rho d\rho. \quad (5.5)$$

Таким образом, электрический сигнал в приемной катушке возникает на удвоенной круговой частоте и пропорционален квадрату амплитудного коэффициента $A(\rho)$.

Для определения функции $A(\rho)$ необходимо рассмотреть уравнение равновесия магнитного момента в проводе при наличии внешнего продольного магнитного поля $H_{0z} \gg H_{a,ef}$ и квазистатически меняющегося магнитного поля переменного тока

$$H_\varphi(\rho) = \frac{2I_0}{cR^2} \rho \sin(\omega t), \quad (5.6)$$

где c есть скорость света. Уравнение равновесия магнитного момента в проводе, $[\vec{\alpha}, \vec{H}_{ef}] = 0$, в рассматриваемом случае сводится к соотношению

$$\alpha_z(\rho) H_{ef,\varphi} - \alpha_\varphi(\rho) H_{ef,z} = 0, \quad (5.7)$$

где $H_{ef,\varphi}$ и $H_{ef,z}$ есть компоненты полного эффективного магнитного поля провода. Поскольку радиус металлического кора провода весьма велик по сравнению с обменной длиной, то обменным вкладом в полное эффективное магнитное поле аморфного провода в основном объеме провода можно пренебречь. Тогда находим

$$H_{ef,\varphi} = H_{m-el,\varphi} + H_\varphi; \quad H_{ef,z} = H_{m-el,z} + H_{0z}. \quad (5.8)$$

С учетом выражения (5.1), для компонент эффективного поля магнитной анизотропии провода получим

$$H_{m-el,\varphi} = -\frac{\partial w_{m-el}}{M_s \partial \alpha_\varphi} = -H_a \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} \alpha_\varphi; \quad (5.9a)$$

$$H_{m-el,z} = -\frac{\partial w_{m-el}}{M_s \partial \alpha_z} = -H_a (\tilde{\sigma}_{zz} + \tilde{\sigma}_{zz}^{(a)}) \alpha_z, \quad (5.9b)$$

где затравочное поле анизотропии провода есть $H_a = 2K/M_s$. Учитывая, что продольная компонента единичного вектора намагниченности в достаточно сильном приложенном магнитном поле близка к единице, $\alpha_z \approx 1$, для циркулярной

компоненты единичного вектора намагниченности из уравнений (5.7) – (5.9) получаем

$$\alpha_\varphi(\rho) = -\frac{2I_0}{cR^2(H_{a,ef} - H_{0z})}\rho \sin(\alpha).$$

где $H_{a,ef} = H_a(\Delta\tilde{\sigma} + \tilde{\sigma}_{zz}^{(a)})$ есть эффективное поле магнитной анизотропии микропровода, учитывающее наличие остаточных закалочных напряжений и приложенного растягивающего напряжения. Следовательно, амплитудный коэффициент $A(\rho)$ в уравнении (5.2) имеет вид

$$A(\rho) = -\frac{2I_0}{cR^2(H_{a,ef} - H_{0z})}\rho. \quad (5.10)$$

Пренебрегая медленной зависимостью компонент тензора закалочных напряжений от радиальной координаты, в результате интегрирования квадрата функции $A(\rho)$ получим для ЭДС (5.5), наводимой в приемной катушке при протекании по проводу переменного тока, следующее выражение

$$E_{2f}(H_{0z}, t) = E_{2f}(H_{0z}) \sin(2\alpha t), \quad (5.11)$$

где амплитуда второй гармоники ЭДС равна

$$E_{2f}(H_{0z}) = \frac{C_{2f}}{(H_{a,ef} - H_{0z})^2}; \quad C_{2f} = \frac{4\pi^2 M_s N \omega I_0^2}{c^3}. \quad (5.12)$$

Таким образом, ЭДС E , наводимая в приемной катушке, имеет вид:

$$E = \frac{\pi^2 M_s N \omega (0.2I_0)^2}{c} \left[\frac{1}{(H_a [\tilde{\sigma}_{zz} - \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} + \tilde{\sigma}_{zz}^{(a)}] - H_{0z})} \right]^2 \sin(2\alpha t). \quad (5.13)$$

Формула (5.13) используется далее для сравнения с экспериментальными данными, полученными для аморфных проводов на основе кобальта, перечисленных в Таблице 5.1.

Подчеркнем, что формула (5.13) применима только в магнитных полях, больших поля анизотропии провода, $H_{0z} > H_{a,ef}$, когда выполняется условие

малости циркулярной компоненты намагниченности, $\alpha_\varphi \ll 1$. В противном случае, намагниченность провода будет скручена в азимутальном направлении, в противоречии с исходным допущением о приблизительно однородной намагниченности аморфного провода вдоль его оси.

5.2 Экспериментальное обоснование предложенной модели

Как было сказано в разделе 2.4.3 для экспериментальных исследований константы магнитострикции микропроводов была разработана специализированная измерительная система на основе метода малоуглового вращения намагниченности. Первоначально изучались свойства аморфных микропроводов на основе кобальта, состав и диаметры которых приведены в Таблице 5.1. Намагниченность насыщения исследуемых микропроводов № 1 - 3 была определена ранее из независимых измерений [30,37].

Таблица 5.1. Характеристики аморфных ферромагнитных микропроводов.

№	Состав	M_s emu/cm ³	Диаметр кора	Внешний диаметр	d/D
1	Co ₆₇ Fe _{3.85} Ni _{1.45} B _{11.5} Si _{14.5} Mo _{1.7}	500 ± 10	d = 21.4µm	D = 26.2µm	0.816
2	Co ₆₅ Fe ₄ Ni ₂ B _{13.5} Si ₁₄ Mo ₁ C _{0.5}	530 ± 10	d = 11.8µm	D = 15.8µm	0.747
3	Co ₆₇ Fe _{3.85} Ni _{1.45} B _{11.5} Si _{14.5} Mo _{1.7}	500 ± 10	d = 22.4µm	D = 22.8µm	0.982

В ходе экспериментов амплитуда второй гармоники ЭДС измерялась в интервале внешних магнитных полей $H_{0z} = 0 - 16$ Э, при различных амплитудах переменного тока $I_0 = 2, 4$ и 8 мА, и при различных растягивающих напряжениях. Растягивающее напряжение в аморфном проводе создавалось малым грузом массы $0.5 - 5.5$ г, прикрепленным через цанговый зажим к нижнему концу вертикально подвешенного микропровода. Измерения проводились на отрезках микропроводов длиной 7 см. Частота переменного тока составляла $f = 5$ кГц.

Сравнение экспериментальных и теоретических данных амплитуды второй гармоники ЭДС, измеренной на образце микропровода №1 при протекании по нему переменного тока амплитуды $I_0 = 4$ мА и частоты $f = 5$ кГц при разных растягивающих нагрузках показано на рисунке 5.1. Заметим, что в теоретическом выражении (5.13) для амплитуды второй гармоники ЭДС коэффициент C_{2f} в числителе зависит только от одного материального параметра, а именно, от намагниченности насыщения M_s . Полагая для провода №1 $M_s = 500$ едu/cm³, и используя значения остальных параметров (число витков приемной катушки $N = 630$, $I_0 = 4$ мА, $f = 5$ кГц) получаем значение $C_{2f} = 0.63$ мВ.

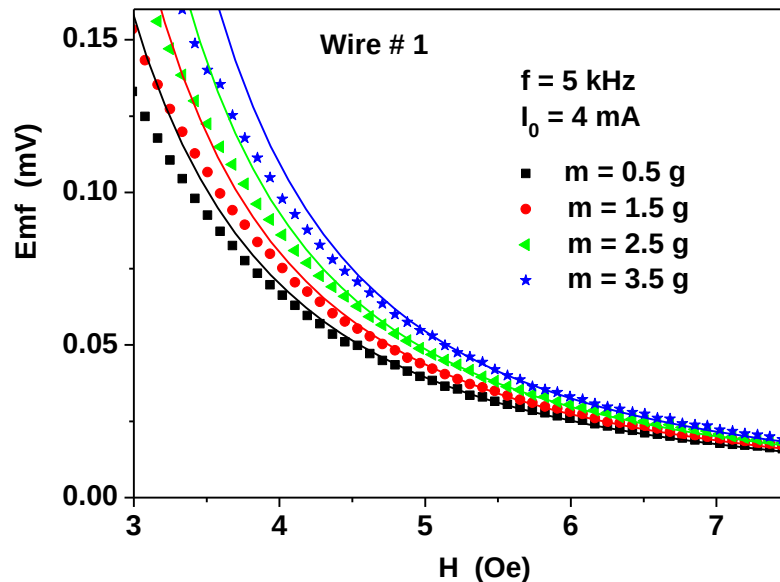


Рисунок 5.1. Сравнение экспериментальных (точки) и теоретических (сплошные линии) значений для амплитуды второй гармоники ЭДС для микропровода №1 при различных растягивающих напряжениях.

Сплошные линии на рисунке 5.1., аппроксимирующие экспериментальные значения, проведены по формуле (5.13) с коэффициентом $C_{2f} = 0.63$ мВ, причем значения эффективных полей анизотропии оказались равными $H_{a,ef} = 1.0$ Э; 1.2 Э; 1.4 Э и 1.6 Э для нагрузок $m = 0.5$, 1.5, 2.5 и 3.5 г, соответственно. Соответствующие приведенные значения растягивающих напряжений можно вычислить по формуле [8]:

$$\delta_{zz}^{(a)} = \frac{\sigma_{zz}^{(a)}}{\sigma_0} = \frac{4mg}{\pi D^2 \sigma_0} \left(\frac{E_m}{E_m (d/D)^2 + E_g [1 - (d/D)^2]} \right), \quad (5.14)$$

где: g - ускорение свободного падения, $E_m = 1.75 \times 10^5$ МПа и $E_g = 6 \times 10^4$ МПа есть модули Юнга металлического кора и стеклянной оболочки провода, соответственно. Для микропровода №1 при указанных выше нагрузках получаем соответствующие значения приведенных напряжений $\delta_{zz}^{(a)} = 0.12; 0.35; 0.58, 0.81$ и численные соотношения, определяющие материальные параметры микропровода №1:

$$H_{a,ef} = H_a (\Delta \delta + 0.12) = 1.0 \text{ Э при } m = 0.5 \text{ г;}$$

$$H_{a,ef} = H_a (\Delta \delta + 0.35) = 1.2 \text{ Э при } m = 1.5 \text{ г;}$$

$$H_{a,ef} = H_a (\Delta \delta + 0.58) = 1.4 \text{ Э при } m = 2.5 \text{ г;}$$

$$H_{a,ef} = H_a (\Delta \delta + 0.81) = 1.6 \text{ Э при } m = 3.5 \text{ г.}$$

Видно, что эти соотношения выполняются при $H_a = 0.87$ Э и $\Delta \delta = 1.03$, а эффективное поле анизотропии микропровода $H_{a,ef}$ действительно увеличивается пропорционально приложенному растяжению. Поскольку $H_a = 3|\lambda_s|\sigma_0/M_s$, где $\sigma_0 = 100$ МПа, то отсюда определяется отношение $|\lambda_s|/M_s = 0.29 \times 10^{-9}$. При $M_s = 500$ ему/см³ это дает значение $|\lambda_s| = 1.45 \times 10^{-7}$. Таким образом, для провода №1 получаем следующий набор основных материальных параметров: $M_s = 500$ ему/см³, $\lambda_s = -1.45 \times 10^{-7}$ и $\Delta \delta = 1.03$.

Для микропровода №2 результаты измерения амплитуды второй гармоники ЭДС показаны на рисунке 5.2. Для этого микропровода намагниченность насыщения равна $M_s = 530$ ему/см³. Поэтому при тех же значениях параметров $N = 630$, $I_0 = 4$ мА, $f = 5$ кГц коэффициент в числителе формулы (5.12) равен $C_{2f} = 0.66$ mV. Теоретические кривые (сплошные линии на рисунке 5.2.) проведены с этим коэффициентом, причем для микропровода №2 значения эффективных полей анизотропии оказались равными $H_{a,ef} = 2.45; 3.25; 4.05$ и 4.85 Э для нагрузок $m = 0.5, 1.5, 2.5$ и 3.5 г, соответственно. В соответствии с формулой (5.14), для

микропровода №2 при указанных нагрузках значения приведенных растягивающих напряжений равны $\tilde{\sigma}_{zz}^{(a)} = 0.35; 1.06; 1.76$ и 2.47 , соответственно.

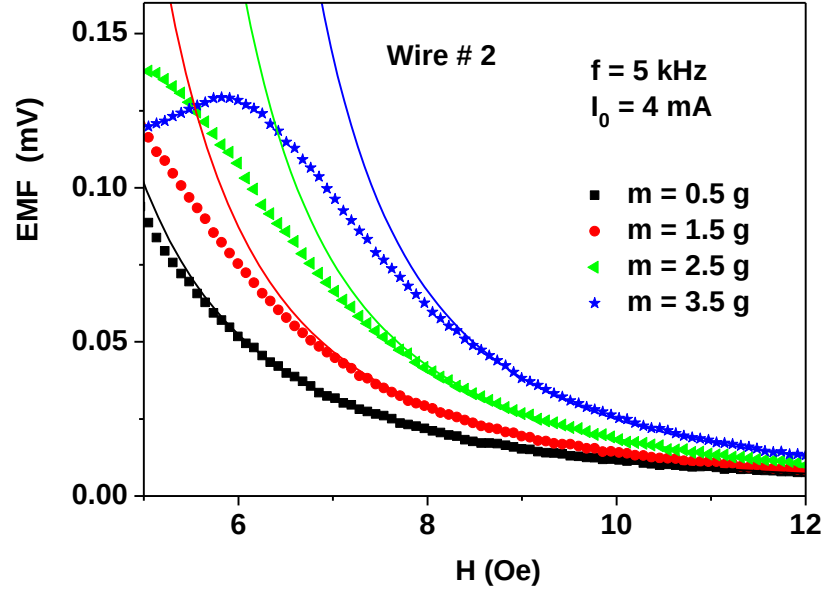


Рисунок 5.2. Экспериментальные (точки) и теоретические (сплошные линии) значения амплитуды второй гармоники ЭДС для микропровода №2 при различных растягивающих напряжениях

По этим данным, аналогично проведенным выше вычислениям для микропровода №1, были определены соответствующие параметры микропровода №2: $H_a = 1.13$ Э, $\Delta\tilde{\sigma} = 1.82$. Найденное значение H_a определяет отношение $|\lambda_s|/M_s = 0.38 \times 10^{-9}$. При $M_s = 530$ emu/cm³ это дает значение $|\lambda_s| = 2.01 \times 10^{-7}$. Таким образом, для микропровода №2 получаем следующий набор основных материальных параметров: $M_s = 530$ emu/cm³, $\lambda_s = -2.01 \times 10^{-7}$ и $\Delta\tilde{\sigma} = 1.82$.

Наконец, для микропровода №3 сопоставление экспериментальных и теоретических данных приведено на рисунке 5.3. Сплошные теоретические кривые на этом рисунке рассчитаны в соответствии с уравнением (13), причем для микропровода №3 коэффициент $C_{2f} = 0.63$ mV, а значения эффективных полей анизотропии оказались равными $H_{a,ef} = 0.1; 0.25; 0.4$ и 0.55 Э при тех же нагрузках $m = 0.5, 1.5, 2.5$ и 3.5 г, соответственно. Для этого провода при указанных нагрузках значения приведенного растягивающего напряжения равны $\tilde{\sigma}_{zz}^{(a)} = 0.12; 0.37; 0.61$ и 0.86 , соответственно. По этим данным, аналогично предыдущим

вычислениям, получаем следующий набор основных материальных параметров провода №3: $M_s = 500 \text{ emu/cm}^3$, $\lambda_s = -1.02 \times 10^{-7}$ и $\Delta\sigma = 0.04$.

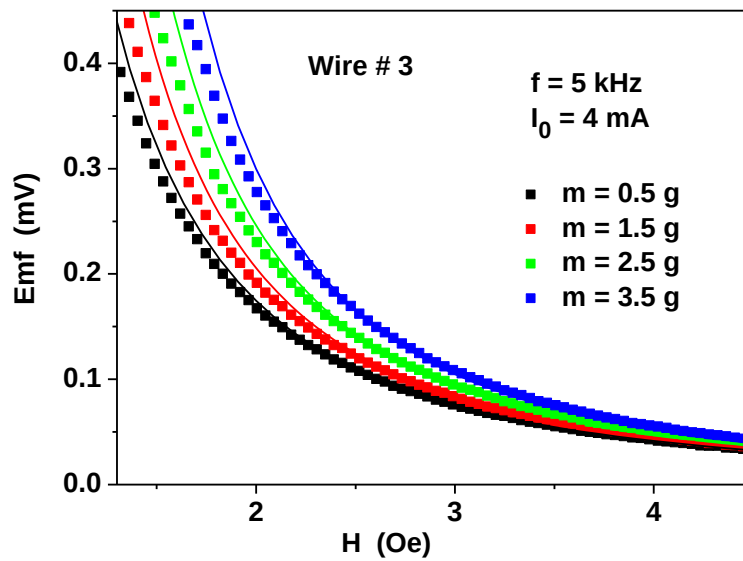


Рисунок 5.3. Экспериментальные (точки) и теоретические (сплошные линии) значения амплитуды второй гармоники ЭДС для микропровода №3 при различных растягивающих напряжениях.

Представленные результаты показывают, что аккуратные измерения амплитуды второй гармоники ЭДС, возникающей в приемной катушке при протекании по аморфному ферромагнитному микропроводу слабого переменного тока и их сравнение с теоретическими данными, позволяет достаточно точно определить все основные материальные параметры, которые определяют магнитные свойства аморфного микропровода, а именно, намагниченность насыщения M_s , константу магнитострикции λ_s , и характерную амплитуду закалочного стресса $\Delta\sigma$. Полученные значения константы магнитострикции для указанных аморфных микропроводов на основе кобальта в стеклянной оболочке оказались достаточно близкими, $\lambda_s = -(1.0 - 2.0) \times 10^{-7}$, что объясняется, по — видимому, достаточно близким составом исследованных проводов.

5.3 Прототипы датчиков механических напряжений

Изучение воздействия механических напряжений на магнитные характеристики микропроводов прежде всего связано с разработкой новых типов миниатюрных датчиков, которые могут использоваться и для измерений локальных механических напряжений и для мониторинга состояния материалов и конструкций. Такие датчики могут стать альтернативой существующим пьезоэлектрическим и оптоволоконным датчикам. Проведенные исследования позволили разработать лабораторные прототипы датчиков механических напряжений на основе аморфных ферромагнитных микропроводов, а также системы регистрации данных. В ходе работы было предложено несколько вариантов конструкций датчиков механических напряжений, которые были защищены рядом российских [145-147] и зарубежных [148,149] патентов. В Приложении В представлен акт изготовления опытных образцов стресс-чувствительных датчиков позволяющих контролировать малые механические напряжения и малые смещения в конструктивных элементах и деталях различного назначения. Ниже рассмотрены примеры конкретных исполнений датчиков механических напряжений.

5.3.1 Эффект перемагничивания микропровода и датчики механических напряжений на его основе

В одном из вариантов предложенного датчика механических напряжений (защищен патентом РФ [145]), в качестве чувствительного элемента используется покрытый стеклянной оболочкой кобальтовый микропровод, характеризующийся малой отрицательной константой магнитострикции, низким полем анизотропии, практически линейной кривой гистерезиса в продольном поле и минимальной коэрцитивной силой. При этом, приложение к микропроводу механических

нагрузок на растяжение / сжатие приводит к пропорциональному изменению поля анизотропии и соответственно уменьшению / увеличению крутизны гистерезисной кривой. Этот эффект качественно иллюстрируется поведением кривых 13, 14 на рисунке 5.4.а. Приложение к микропроводу скручивающих напряжений приводит к значительному изменению коэрцитивной силы и появлению гистерезиса. Этот эффект иллюстрируется поведением кривых 15, 16 на рисунке 5.4.б.

В реальных аморфных ферромагнитных микропроводах в стеклянной оболочке на основе кобальта поведение ненагруженных кривых 13, 15 на рисунке 5.4, может отличаться для разных микропроводов значениями полей анизотропии, присутствием небольшого гистерезиса из-за наличия слабого геликоидального типа анизотропии. Снижение влияния этих эффектов достигается за счет дополнительного циркулярного магнитного поля, создаваемого постоянного тока, протекающего через микропровод. При этом подбор величины постоянного тока для каждого микропровода может осуществляться индивидуально таким образом, чтобы величина поля анизотропии микропроводов разных датчиков находилась в некоторых заданных пределах, например, в диапазоне 2-4 Э.

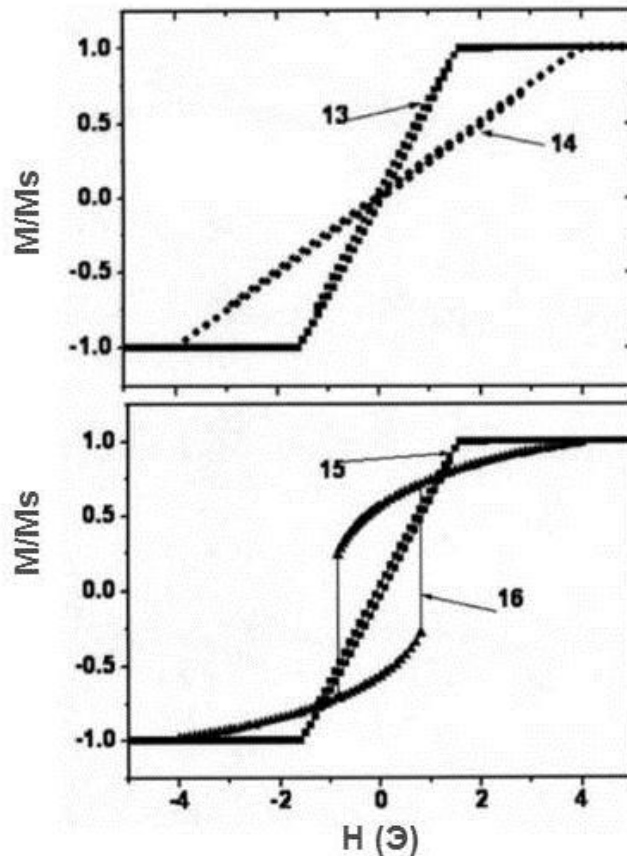


Рисунок 5.4. Расчетные гистерезисные кривые аморфного ферромагнитного микропровода, в зависимости от приложенных напряжений: а) 13 - без нагрузки, 14 - при воздействии растягивающего напряжения; б) 15 - без нагрузки, 16 - при воздействии скручивающего напряжения [145] .

Конструкция предложенного датчика механических напряжений приведена на рисунке 5.5. Его основой является прямоугольная пластина 1, с размерами 10*20*2.5 мм, выполненная на основе метакриловых полимеров. Выбор данного класса полимеров определяется широким интервалом механических характеристик, охватывающим каучуки и пластики, высокой пластичностью и ударопрочностью, температурой эксплуатации до 300°C, светопропусканием до 90%, стойкостью к химическим реагентам, возможностью переработки методами экструзии, литья, пневмоформования, а также механической обработки для придания конечному изделию требуемой формы. На верхней поверхности пластины 1 выполнено посадочное место 2 в виде центрально симметричного прямоугольного углубления с размерами 6*16*0.5 мм. Внутри массива

прямоугольной пластины 1 вдоль центральной продольной оси, параллельно верхней и нижней поверхностям, расположен магниточувствительный элемент. Он выполнен в виде микропровода 3, который размещен внутри дифференциальной измерительной катушки 4. Микропровод 3 подключен через печатные проводники к первой паре контактных площадок 5, а дифференциальная измерительная катушка 4 через печатные проводники подключена ко второй паре контактных площадок 6. Обе пары контактных площадок 5 и 6 размещены внутри посадочного места 2. Для регистрации сигнала чувствительного элемента в посадочном месте 2 размещается регистратор 8, структурная схема которого приведена на рисунке 5.6. Регистратор 8 содержит источник переменного тока 9, питающий источник магнитного поля 10, источник постоянного тока 11, питающий микропровод 3 и усилитель 12 сигналов дифференциальной измерительной катушки 4. Источник переменного тока 9 с частотой в диапазоне 10 Гц - 10 кГц соединен источником магнитного поля 10, создающим однородное магнитное поле, ориентированное вдоль магниточувствительного элемента. Вход усилителя 12 соединен со второй парой контактных площадок 6 измерительной катушки 4, а его выход подключен к аналого-цифровому преобразователю. Аналого-цифровой преобразователь соединен с персональным компьютером.

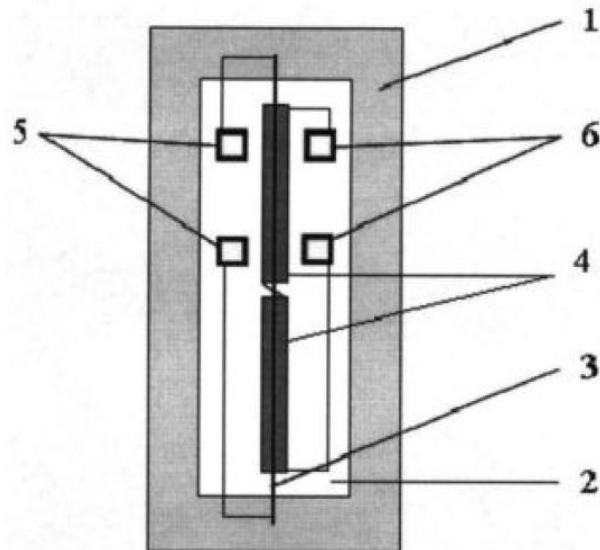


Рисунок 5.5. Схематическое изображение датчика механических напряжений [145].

1 - прямоугольная пластина, 2 - посадочное место, 3 - микропровод, 4 - дифференциальная измерительная катушка, 5 - первая пара контактных площадок, подключенных к микропроводу, 6 - вторая пара контактных площадок, подключенных к дифференциальной измерительной катушке.

В процессе измерений датчик закрепляется на поверхности исследуемого объекта. При воздействии на измеряемый объект механических напряжений, таких как растяжение, сжатие, кручение, предварительно напряженный аморфный ферромагнитный микропровод 3 также подвергается деформации и его гистерезисная кривая может изменяться, так как показано на рисунке 5.4. Для регистрации изменений кривой перемангничивания к микропроводу 3 прикладывается продольное переменное магнитное поле, которое формируется источником переменного тока 10 и источником магнитного поля 11. Создаваемое переменное магнитное поле с частотой в диапазоне 1 кГц - 10 кГц и амплитудой порядка поля анизотропии аморфного ферромагнитного микропровода 3 однородно в области расположения микропровода 3 и направлено вдоль его оси. Воздействующее магнитное поле обеспечивает перемангничивание микропровода 3 и вызывает появление сигнала электродвижущей силы на дифференциальной измерительной катушке 4. В отсутствие воздействующего механического напряжения амплитуда сигнала электродвижущей силы на катушке 4

фиксирована. Приложение механического сжимающего напряжения приводит к увеличению амплитуды сигнала электродвижущей силы на катушке 4. Приложение механического растягивающего напряжения приводит к уменьшению амплитуды сигнала электродвижущей силы на катушке 4 за счет уменьшения наклона кривой перемангничивания. Приложение скручивающего напряжения приводит к изменению формы сигнала электродвижущей силы на катушке 4 за счет изменения формы кривой перемангничивания. В предлагаемой конфигурации магнитное поле источника магнитного поля 11 с одной стороны перемангничивает микропровод 3, а с другой стороны, напрямую воздействует на дифференциальную измерительную катушку 4. В двух встречных соленоидах дифференциальной измерительной катушки 4 сигнал от источника 11 представляет собой однородное магнитное поле, которое будет наводить электродвижущую силу. Эти сигналы будут одинаковы по знаку в каждом из соленоидов. Поэтому за счет встречного включения двух соленоидов эти сигналы будут вычитаться. Другая ситуация возникает с сигналами от перемангничивания микропровода 3. В каждой катушке действует свой участок микропровода 3, и поэтому каждый участок будет наводить свой сигнал. Эти сигналы будут противоположны по знаку в каждой из катушек. Поэтому за счет встречного включения двух соленоидов эти сигналы сложатся. Сигнал дифференциальной измерительной катушки 4 через вторую пару контактных площадок поступает на вход усилителя 13, выход которого подключен к аналого-цифровому преобразователю. После цифровой обработки сигнал поступает на персональный компьютер. При этом контролируется амплитуда и ширина выходного сигнала при перемангничивании микропровода в зависимости от приложенного механического напряжения. Для количественной связи между выходным сигналом и приложенным механическим напряжением проводится калибровка.

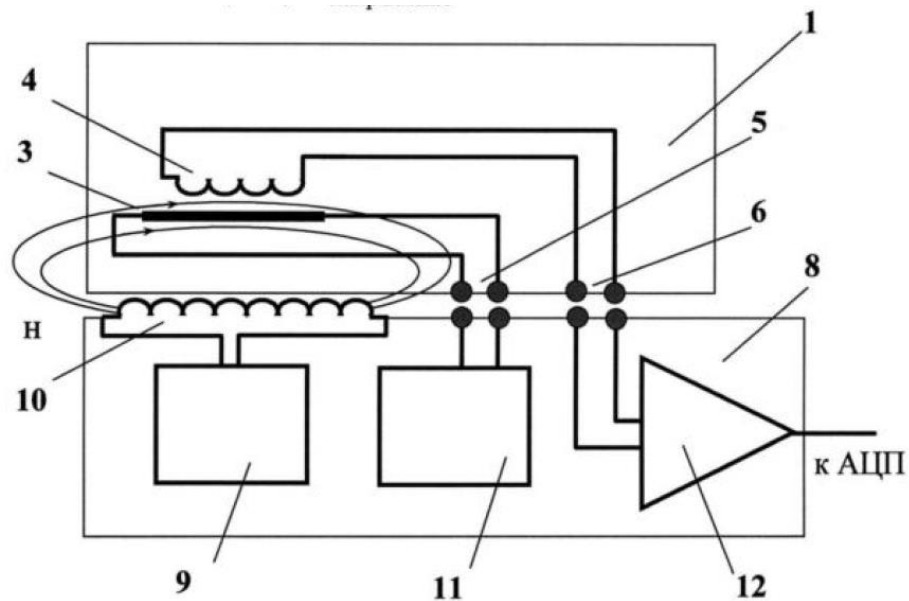


Рисунок 5.6. Структурная схема датчика механических напряжений и регистратора полезного сигнала. 1 - прямоугольная пластина с посадочным местом 2, 3 - микропровод, 4 - дифференциальная измерительная катушка, 5 - первая пара контактных площадок, подключенных к микропроводу, 6 - вторая пара контактных площадок, подключенных к дифференциальной измерительной катушке, 8 – регистратор, 9 - источник переменного тока, 10 - источник магнитного поля, 11 - источник постоянного тока, 12 - усилитель сигналов дифференциальной измерительной катушки 4.

В качестве примера на рисунке 5.7. приведены усиленные выходные сигналы дифференциальной измерительной катушки 4 в исходном состоянии (а), при растяжении (б) и скручивании (в).

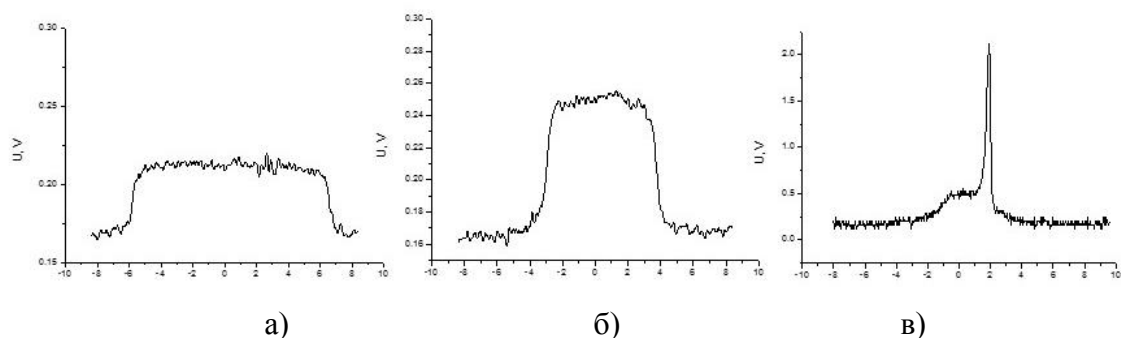


Рисунок 5.7. Характерные сигналы на выходе дифференциальной измерительной катушки 4, при различных растяжениях микропровода: (а) в исходном состоянии, (б) при его растяжении и (в) при скручивании.

5.3.2 Эффект малоуглового вращения намагниченности в микропроводах и датчики механических напряжений на его основе

Представленный выше способ регистрации сигналов микропровода при его перемагничивании является достаточно распространенным. Однако, в случае использования микропроводов с малым радиусом металлической жилы ($r \leq 10 \mu\text{м}$), сигналы могут оказаться слабыми и при наличии внешних электромагнитных помех точное определение приложенных к чувствительному элементу механических напряжений может быть затруднено. Поэтому, в ходе дальнейшей работы было предложено исследовать возможность создания датчика механических напряжений на основе эффекта малоуглового вращения намагниченности микропровода, МВН, рассмотренного ранее в разделе 5.1.2. (МВН – датчик).

Рассмотрим основные особенности построения МВН–датчика. Его функциональная схема, содержащая МВН–датчик и схему регистратора полезного сигнала, приведена на рисунке 5.8. В АФМ датчике микропровод протягивается через скомпенсированную измерительную катушку, расположенную внутри соленоида, задающего внешнее однородное магнитное поле H_{0z} . Концы микропровода жестко фиксируются на разных сторонах растягивающейся полимерной пластины датчика и к концам микропровода подсоединяются контакты источника переменного тока частоты f . Если в процессе измерений датчик растягивается или к нему прикладываются механические напряжения (например, путем подвешивания грузов различной массы), то в измерительной катушке наводится сигнал ЭДС удвоенной частоты $2f$. Амплитуда этого сигнала зависит, от внешнего магнитного поля, параметров АФМ, так же от величины приложенных механических напряжений. Этот сигнал ЭДС приемных катушек усиливается и детектируется с помощью синхронного детектора. Зависимость амплитуды сигнала ЭДС удвоенной частоты $2f$ от приложенного внешнего магнитного поля носит название кривых МВН.

Во внешнем магнитном поле, выше эффективного поля анизотропии АФМ, кривые МВВН имеют вид гипербол. В качестве примера на рисунке 5.9. приведены кривые МВН микропровода, измеренные при механических напряжениях, создаваемых грузами 0,5, 1,5 и 2,5 грамма. Из приведенных на рисунке 5.9. кривых следует, что при некотором фиксированной величине магнитного поля изменение растягивающих напряжений будет приводить к изменению амплитуды ЭДС на частоте $2f$. Это означает, что после проведения соответствующих калибровочных процедур микропровод можно использовать в качестве чувствительного элемента стресс-датчика. Модель, объясняющая происходящие в микропроводе процессы, позволяет однозначно связать измеряемые сигналы с приложенными напряжениями.

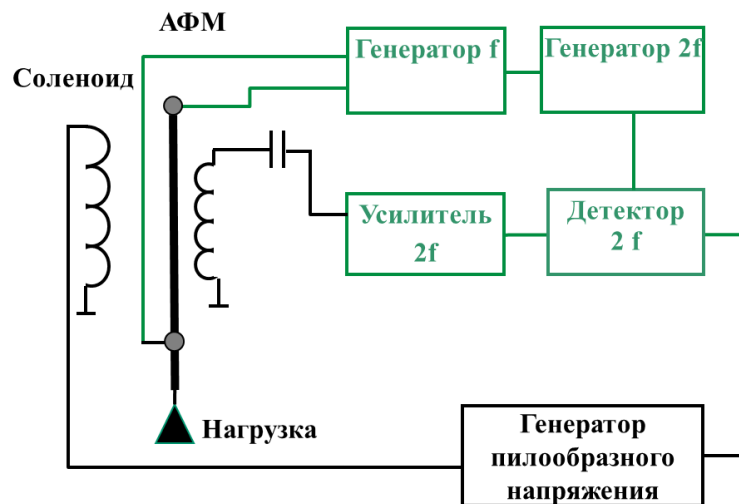


Рисунок 5.8. Функциональная схема МВН–датчика и схема регистратора сигнала.

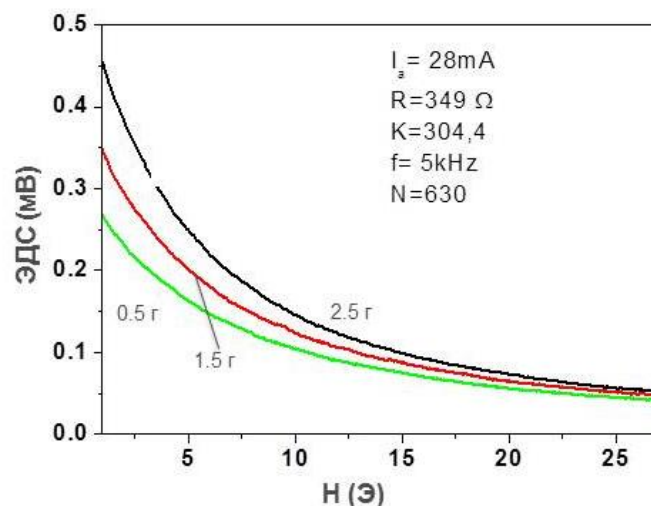


Рисунок 5.9. Кривые МВН микропровода, при различных механических напряжениях.

Конструкция разработанного датчика МВН приведена на рисунке 5.10. и детально описана в работе [146]. Основой датчика является вытянутая прямоугольная пластина 2, с крепежными отверстиями 1, выполненная из полимерного материала с поперечными разрезами в центральной части, обеспечивающими возможность ее растяжения под влиянием внешних растягивающих усилий. В посадочном месте 3 на верхней поверхности прямоугольной пластины 2 размещается миниатюрный соленоид 6. В миниатюрном соленоиде размещают дифференциальную измерительную катушку 5, внутри которой расположен отрезок микропровода 4. Концы микропровода 4 зафиксированы на двух контактных площадках 7 (первая пара контактных площадок), расположенных на противоположных концах прямоугольной пластины 2. Дифференциальная измерительная катушка 5 подключена ко второй паре контактных площадок 8. Миниатюрный соленоид подключен к третьей паре контактных площадок. При этом все три пары контактных площадок подключаются к электронному измерительному устройству, рисунок 5.8.

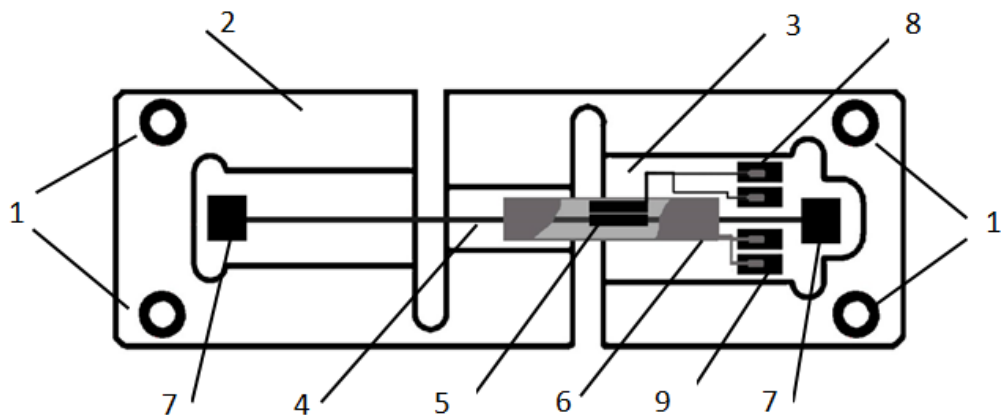


Рисунок 5.10. Схематическое изображение датчика механических напряжений на основе метода МВН. 1 - крепежные отверстия, 2 - прямоугольная пластина, 3 – посадочное место, 4 - микропровод, 5 - дифференциальная измерительная катушка, 6 - миниатюрный соленоид, 7 - первая пара контактных площадок соединения микропровода, 8 - вторая пара контактных площадок соединения дифференциальной измерительной катушки, 9 - третья пара контактных площадок миниатюрного соленоида.

В ходе работы над созданием датчиков МВН были протестированы микропровода на основе кобальта в стеклянной оболочке, различных составов, диаметров и изготовленные в разных лабораториях. Отбирались микропровода с циркулярным типом анизотропии, характеризующиеся отсутствием гистерезиса, малым полем анизотропии и небольшой отрицательной константой магнитострикции. В итоге, для изготовления датчика МВН был выбран аморфный ферромагнитных микропровод на основе кобальта, состав и диаметры которого приведены в Таблице 5.2. Испытания на растяжение были проведены на разрывной машине «Инстрон», график зависимости относительного удлинения от нагрузки приведен на рисунке 5.11. Соответствующие петли гистерезиса в зависимости от приложенной нагрузки, измеренные индукционным методом, показаны на рисунке 5.12. Полное семейство кривых малоуглового вращения намагниченности микропровода, измеренных в области магнитных полей от 3 Э до 20 Э и при воздействии приложенных растягивающих напряжений, создаваемых подвешиваемыми грузами известной массы приведено на рисунке 5.13.

Таблица 5.2. Характеристики микропровода

Характеристика	Значение
Состав металлической жилы	$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$
Номер	М6
Диаметры метал. жилы/ стекло	22.6 μm / 33.2 μm
Намагниченность насыщения	460 emu/cm^3
Поле анизотропии	1.9 Oe
Коэрцитивная сила	0.04 Oe
Константа магнитострикции	$-2 \cdot 10^{-7}$
Внутренние закалочные напряжения	135 МПа
Относительное удлинение	2 %
Модуль Юнга	92.6 GPa
Предел прочности	2200 МПа

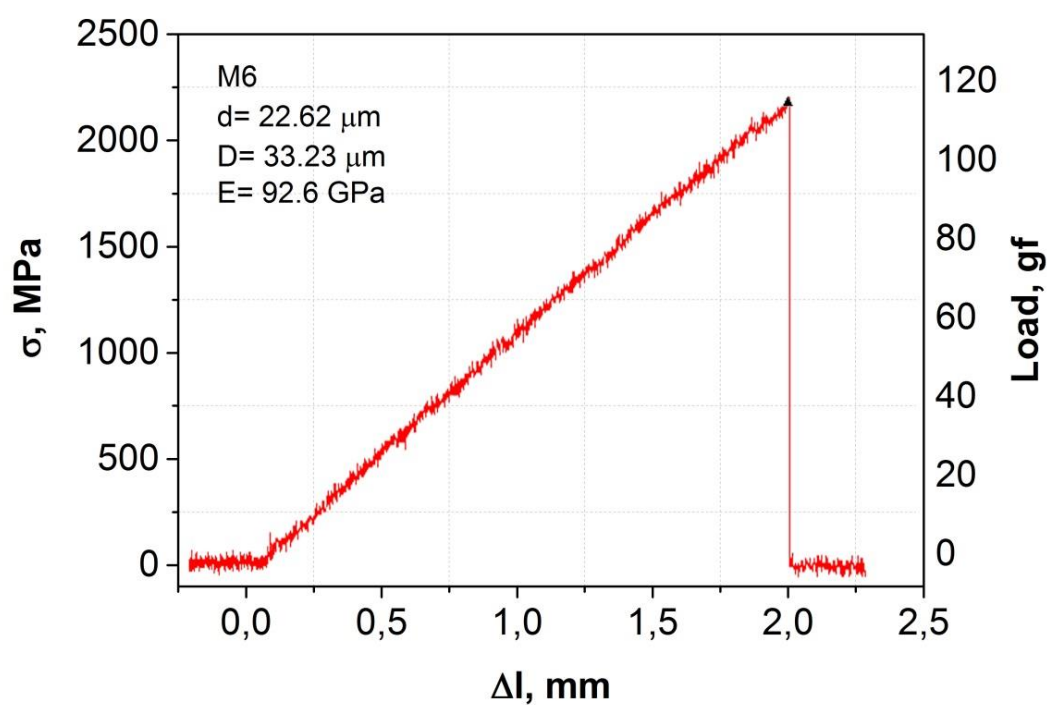


Рисунок 5.11. Зависимость относительного удлинения микропровода длиной $l_0 = 100 \text{ мм}$ от нагрузки

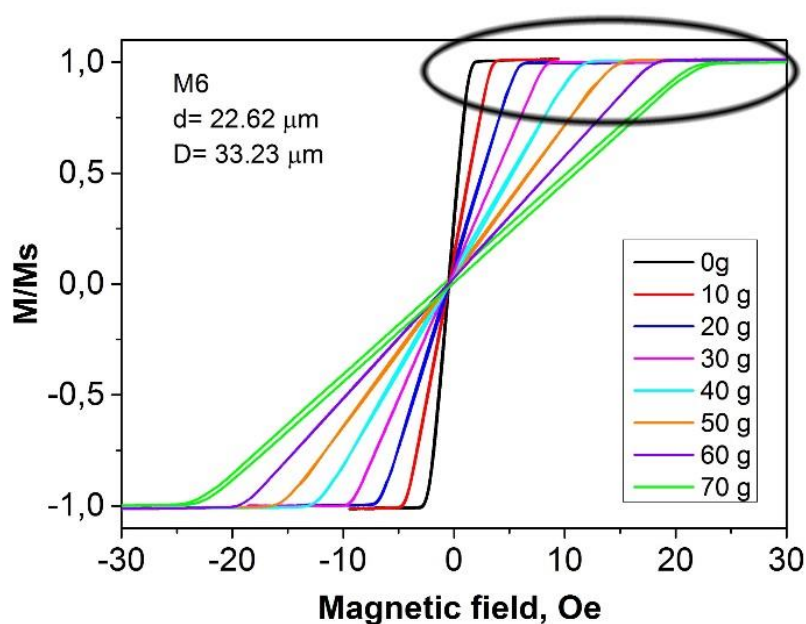


Рисунок 5.12. Семейство петель гистерезиса в зависимости от приложенной нагрузки, измеренных индукционным методом. Черный овал показывает область петель гистерезиса в которой применялся метод МВН.

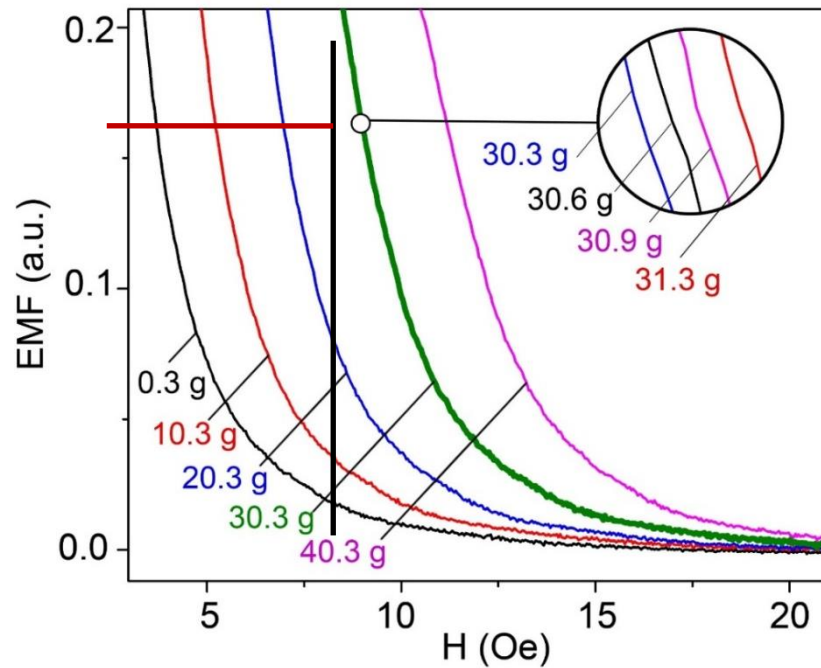


Рисунок 5.13. Семейство кривых малоуглового вращения намагниченности микропровода, измеренных под действием приложенных растягивающих напряжений, создаваемых подвешиваемыми грузами известной массы. Воздействующая нагрузка величиной 30 г соответствует деформации 0.5 мм для микропровода длиной 100 мм. Черная вертикальная линия соответствует прямому измерению сигнала. Красная горизонтальная линия - измерение сигнала в режиме обратной связи, рисунок 5.14.

В отличие от схемы на рисунке 5.8., в которой осуществляется прямое измерение амплитуды выходного сигнала МВН-датчика, в модернизированном варианте схемы [147], приведенном на рисунке 5.14., осуществляется линеаризация передаточной характеристики МВН-датчика за счет введения стабилизирующей цепи обратной связи по магнитному полю и измерения сигнала обратной связи, пропорционального изменению дополнительного магнитного поля, которое прикладывается к микропроводу для удержания фиксированного значения выходного напряжения дифференциальной измерительной катушки U_0 (на рисунке 5.13. напряжение U_0 соответствует красной горизонтальной линии). При такой схеме включения выходное напряжение будет пропорционально изменению приложенной деформации. В качестве примера на рисунке 5.15. приведена зависимость выходного напряжения МВН - датчика (U_0-U) от

5.4 Выводы главы 5

В данной главе рассматриваются стресс-чувствительные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов на основе кобальта. Предложена модель метода малоуглового вращения намагниченности микропроводов учитывающая особенности их магнитной анизотропии. Разработана и запатентована методика измерения кривых малоуглового вращения намагниченности таких микропроводов и продемонстрировано хорошее согласие между теоретическими и экспериментальными данными, что позволяет использовать данный метод для регистрации приложенных растягивающих напряжений.

На основе микропроводов с низкой отрицательной магнитострикцией ($\lambda_s < 5 \times 10^{-7}$) предложены и запатентованы конструкции и схемы регистрации датчиков механических деформаций. Продemonстрирована возможность регистрации микродеформаций амплитудой менее 5 мкм в диапазоне растяжений ± 0.5 мм.

Глава 6. Эффект недиагонального магнитоимпеданса и магнитные датчики на его основе

Активные исследования магнитоимпедансного эффекта начались в девяностых годах прошлого века после обнаружения значительных изменений импеданса в магнитомягких аморфных микропроводах и лентах на основе кобальта [9,10,150-152]. Поскольку относительное изменение импеданса в магнитомягких проводниках в слабых магнитных полях составляет выше ста процентов, этот эффект получил название гигантского магнитоимпеданса (ГМИ).

Природа ГМИ может быть объяснена в рамках классической электродинамики [153]. Приведем общепринятый подход к описанию данного эффекта из работы [Ошибка! Источник ссылки не найден.]. При пропускании переменного тока через ферромагнитный проводник, его импеданс Z определяется глубиной скин-слоя $\delta_m = c/(2\pi\sigma\mu\omega)^{1/2}$, где c - скорость света, σ - проводимость, μ - магнитная проницаемость и ω - круговая частота тока. Изменения внешнего магнитного поля влияют на распределение намагниченности и, следовательно, приводят к изменениям магнитной проницаемости и толщины скин-слоя. В результате импеданс становится функцией магнитного поля. В магнитомягких материалах скин-эффект возникает при частотах, которые на несколько порядков ниже, чем в немагнитных проводниках с такой же проводимостью. Кроме того, для возникновения ГМИ-эффекта необходимо, чтобы изменение постоянного внешнего поля существенно влияло на магнитную проницаемость. Таким образом, ГМИ-эффект наблюдается, когда магнитная проницаемость велика и чувствительна к внешнему полю.

Для представления экспериментальных результатов вместо абсолютной величины импеданса обычно используют его относительное изменение $\Delta Z/Z$. Такое представление позволяет описать общую величину эффекта и является важной характеристикой для оценки материалов. Относительным изменением импеданса обычно называют отношение

$\Delta Z/Z = [Z(H_e) - Z(H_{max})]/Z(H_{max})$, где H_e - внешнее магнитное поле и H_{max} - максимальное поле, при котором проводятся измерения. Как правило, в качестве H_{max} принимают достаточно большое значение поля, при котором намагниченность исследуемого образца достигает насыщения. Типичное значение поля H_{max} в экспериментах составляет порядка 100 Э. Величина $\Delta Z/Z$ для современных магнитомягких материалов может составлять сотни процентов [155]. ГМИ-эффект может наблюдаться в микропроводах с небольшой положительной и отрицательной константой магнитострикции.

Следует особо отметить, что в микропроводах, характеризующихся небольшой отрицательной константой магнитострикции, обладающих циркулярной анизотропией, наблюдается также недиагональный ГМИ-эффект [20]. Он заключается в возникновении ЭДС в навитой на микропровод приёмной катушке, при протекании через него небольшого возбуждающего высокочастотного тока частотой f . В покрытых стеклянной оболочкой кобальтовых аморфных ферромагнитных микропроводах с отрицательной константой магнитострикции недиагональный ГМИ-эффект может быть весьма чувствительным к внешним магнитным полям. Недиагональный ГМИ-эффект особенно важен для практических приложений, т.к. амплитуда сигнала ЭДС на частоте возбуждения f , наводимая в приёмной катушке, в области околонулевых магнитных полей пропорциональна приложенному магнитному полю [27,156].

Данный эффект связывается с циркулярной магнитной анизотропией, которая формируется в микропроводах с отрицательной магнитострикцией за счет возникновения внутренних закалочных напряжений в процессе литья. В отсутствие внешнего магнитного поля такой микропровод должен быть намагничён циркулярно. В то же время, в недавних работах [30] было показано, что в реальных микропроводах может присутствовать также геликоидальный тип магнитной анизотропии. Причем даже слабая геликоидальная анизотропия существенно влияет на электродинамические свойства таких микропроводов.

Недавно были представлены несколько лабораторных прототипов высокочувствительных ГМИ-магнитометров на основе ферромагнитных микропроводов [157-159]. В данной главе представлены результаты теоретических и экспериментальных исследований эффекта недиагонального магнитного импеданса в кобальтовых аморфных ферромагнитных микропроводах в стеклянной оболочке. Показано, что устранение влияния геликоидальной анизотропии микропровода за счет магнитного поля слабого постоянного тока позволяет создать ГМИ-сенсор с хорошей линейной характеристикой в области слабых магнитных полей.

6.1 Модель недиагонального магнитоимпедансного эффекта в аморфном ферромагнитном микропроводе с геликоидальной анизотропией

Задачей теоретического описания ГМИ-эффекта является определение наилучших соотношений для магнитной проницаемости, которые бы максимально полно описывали отклик магнитной структуры микропровода на внешнее магнитное поле и поле возбуждающего переменного тока. Для описания ГМИ-эффекта был предложен ряд подходов и моделей различающихся геометрией, доменными структурами, используемыми математическими методами и др.

В данном разделе проведено рассмотрение распределения намагниченности и рассчитаны диагональная и недиагональная компоненты тензора магнитоимпеданса аморфного ферромагнитного микропровода с малой геликоидальной анизотропией. Показано, что уже малая геликоидальная поправка в энергии магнитной анизотропии микропровода приводит к связи продольной и циркулярной компонент намагниченности микропровода при его перемагничивании [Ошибка! Источник ссылки не найден.].

6.1.1 Распределение намагниченности в аморфных ферромагнитных микропроводах

Как показано в работах [8,144,161,162], магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов в стеклянной оболочке обоих типов, как на основе железа, так и на основе кобальта, могут быть удовлетворительно описаны в предположении, что плотность энергии магнитной анизотропии микропровода определяется закалочными напряжениями. В данной работе для микропровода с отрицательной магнитострикцией, $\lambda_s < 0$, плотность энергии магнитоупругих взаимодействий постулируется в виде:

$$w_{m-el} = K_e [\tilde{\sigma}_{\rho\rho} \alpha_\rho^2 + \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} \alpha_\varphi^2 + \tilde{\sigma}_{zz} \alpha_z^2 + 2\tilde{\sigma}_{\varphi z} \alpha_\varphi \alpha_z]; \quad K_e = \frac{3}{2} |\lambda_s| \sigma_0, \quad (6.1)$$

где $\tilde{\sigma}_{ij} = \sigma_{ij} / \sigma_0$ ($i, j = \rho, \varphi, z$) есть приведенные компоненты тензора закалочных напряжений в цилиндрической системе координат, $\sigma_0 = 100$ МПа - характерная амплитуда закалочных напряжений, а $(\alpha_\rho, \alpha_\varphi, \alpha_z)$ суть компоненты единичного вектора намагниченности. Расчет основных, диагональных компонент тензора закалочных напряжений может быть проведен по методике, подробно описанной в работах [8,161].

Для микропровода с внешним радиусом $R_t = 13.1 \text{ } \mu\text{m}$ и радиусом металлической жилы $R = 10.7 \text{ } \mu\text{m}$, который экспериментально исследовался в данной работе, такой расчет приводит к следующим радиальным зависимостям приведенных диагональных компонент тензора закалочных напряжений

$$\tilde{\sigma}_{\rho\rho}(\rho) \approx 0.97 - 0.05(\rho/R)^2; \quad \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi}(\rho) \approx 0.97 - 0.16(\rho/R)^2; \quad \tilde{\sigma}_{zz}(\rho) \approx 1.36 - 0.08(\rho/R)^2. \quad (6.2)$$

Как следует из уравнения (6.2), для данного микропровода в стеклянной оболочке компоненты σ_{ij} почти постоянны по сечению микропровода в силу малого радиуса металлической жилы. Малая недиагональная компонента тензора

закалочных напряжений в уравнении (6.1), $\sigma_{\varphi z}(\rho) \approx (0.01 - 0.05)\rho/R$, вводится для описания свойств микропровода со слабой геликоидальной анизотропией. Амплитуда этой компоненты, $\sigma_{\varphi z}(R) \sim (0.01 - 0.05)$, рассматривается в данной работе как подгоночный параметр, который должен определяться по согласованию с экспериментальными данными. Ранее, [14], для микропровода с чисто циркулярной анизотропией недиагональная компонента тензора закалочных напряжений принималась тождественно равной нулю, $\sigma_{\varphi z} = 0$.

Стационарное распределение единичного вектора намагниченности $\vec{\alpha}(\vec{r})$ в объеме микропровода удовлетворяет микромагнитному уравнению равновесия [165]:

$$[\vec{\alpha}, H_{ef}] = 0; \quad M_s H_{ef} = C_{ex} \Delta \vec{\alpha} - \frac{\partial w_{m-el}}{\partial \vec{\alpha}} + M_s (\vec{H}_0 + \vec{H}_{dc} + \vec{H}') \quad (6.3)$$

с граничным условием на поверхности $\partial \vec{\alpha} / \partial n = 0$. Здесь $\vec{n}$ есть единичный вектор внешней нормали к поверхности микропровода, C_{ex} есть обменная константа, M_s — намагниченность насыщения, $\vec{H}_0$ — внешнее магнитное поле, приложенное к микропроводу, $\vec{H}_{dc}$ — магнитное поле постоянного тока, протекающего по микропроводу, $\vec{H}'$ — размагничивающее поле объемных и поверхностных магнитных зарядов.

В силу аксиальной симметрии микропровода и тензора закалочных напряжений, в основном состоянии радиальная компонента единичного вектора намагниченности микропровода равна нулю, а прочие компоненты зависят только от радиальной координаты, так что

$$\vec{\alpha}(\vec{r}) = (0, \alpha_\varphi(\rho), \alpha_z(\rho)). \quad (6.4)$$

Можно показать, что для распределения намагниченности (6.4) размагничивающее поле микропровода исчезает, $\vec{H}' = 0$. Далее, обменный вклад в эффективное магнитное поле микропровода равен

$$H_{ex,\varphi} = \frac{C_{ex}}{M_s} \left\{ \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left(\rho \frac{\partial \alpha_\varphi}{\partial \rho} \right) - \frac{\alpha_\varphi}{\rho^2} \right\}; \quad (6.5a)$$

$$H_{ex,z} = \frac{C_{ex}}{M_s} \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left(\rho \frac{\partial \alpha_z}{\partial \rho} \right), \quad (6.5b)$$

а вклад энергии магнитоупругих взаимодействий (6.1) вычисляется как

$$H_{m-el,\varphi} = - \frac{\partial w_{m-el}}{M_s \partial \alpha_\varphi} = -H_a [\tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} \alpha_\varphi + \tilde{\sigma}_{\varphi z} \alpha_z]; \quad (6.6a)$$

$$H_{m-el,z} = - \frac{\partial w_{m-el}}{M_s \partial \alpha_z} = -H_a [\tilde{\sigma}_{zz} \alpha_z + \tilde{\sigma}_{\varphi z} \alpha_\varphi], \quad (6.6b)$$

где $H_a = 2K_e/M_s$ есть затравочное поле анизотропии микропровода, K_e – эффективная константа анизотропии. Можно показать [8], что эффективное поле анизотропии микропровода равно $H_{a,ef} = H_a [\tilde{\sigma}_{zz}(R) - \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi}(R)]$.

Распределение намагниченности в микропроводе зависит также от амплитуды внешнего однородного магнитного поля, приложенного вдоль оси микропровода,

$$\vec{H}_0 = (0, 0, H_{0z}), \quad (6.7a)$$

а также от магнитного поля постоянного тока I_{dc} , протекающего по микропроводу

$$\vec{H}_{dc} = (0, H_\varphi(\rho), 0) \quad H_\varphi(\rho) = H_{0\varphi} \frac{\rho}{R}. \quad (6.7b)$$

Здесь $H_{0\varphi} = 2I_{dc}/cR$ есть значение магнитного поля постоянного тока на поверхности микропровода радиуса R , c – скорость света.

Таким образом, микромагнитное уравнение равновесия (6.3) сводится в данном случае к соотношению

$$\alpha_z(\rho)H_{ef,\varphi}(\rho) - \alpha_\varphi(\rho)H_{ef,z}(\rho) = 0, \quad (6.8)$$

где компоненты эффективного магнитного поля равны $H_{ef,\varphi} = H_{ex,\varphi} + H_{m-el,\varphi} + H_\varphi$ и $H_{ef,z} = H_{ex,z} + H_{m-el,z} + H_{0z}$, соответственно. Компоненты единичного вектора намагниченности $\alpha_\varphi(\rho)$ и $\alpha_z(\rho)$ могут быть получены из уравнения (6.8) как функции аксиального магнитного поля H_{0z} , амплитуды постоянного тока I_{dc} и прочих параметров. Для решения уравнения (6.8) удобно воспользоваться предложенной ранее [161] итерационной схемой, которая имитирует процесс установления стационарного состояния в микропроводе в соответствии с временным уравнением Ландау-Лифшица-Гильберта.

Рассмотрим поведение продольной и циркулярной компонент единичного вектора намагниченности микропровода в отсутствии магнитного поля постоянного тока, $H_{0\varphi} = 0$. Зафиксируем магнитное состояние микропровода в достаточно большом аксиальном магнитном поле, $H_{0z} = 3.0$ Ое, а затем будем постепенно уменьшать поле до отрицательного значения, $H_{0z} = -3.0$ Ое. Эволюция компонент намагниченности микропровода показана на рисунках 6.1.а и 6.1.б для интервала положительных и отрицательных магнитных полей, соответственно.

При проведении расчетов намагниченность насыщения микропровода принята равной $M_s = 500$ етл/см³, константа магнитострикции $\lambda_s = -3 \times 10^{-7}$. Распределение закалочных напряжений в микропроводе задается формулами (6.2), недиагональная компонента тензора закалочных напряжений принята равной $\tilde{\sigma}_{\varphi z}(\rho) = 0.05 \rho / R$. При указанных магнитных параметрах эффективное поле анизотропии микропровода равно $H_{a,ef} \approx 1$ Ое. Поэтому, как показывает рисунок 6.1.а, в магнитном поле $H_{0z} = 1.2$ Ое микропровод близок к насыщению, $\alpha_z \approx 1$. Однако, в силу наличия геликоидальной поправки, $\tilde{\sigma}_{\varphi z} > 0$, циркулярная компонента единичного вектора намагниченности остается при этом отрицательной, будучи вблизи поверхности микропровода равной $\alpha_\varphi(R) = -0.19$. Действительно, при $\alpha_z > 0$ и $\tilde{\sigma}_{\varphi z} > 0$ член $2K_e \tilde{\sigma}_{\varphi z} \alpha_\varphi \alpha_z$ в энергии магнитоупругих

напряжений (1), которая доминирует в полной энергии микропровода, имеет минимальное значение при $\alpha_\phi(\rho) < 0$. В результате, даже в существенно большем поле, $H_{0z} = 3.0$ Oe, значение циркулярной компоненты отлично от нуля и составляет $\alpha_\phi(R) = -0.04$. Следовательно, в отличие от микропровода с чисто циркулярной анизотропией, при наличии геликоидальной добавки в энергии анизотропии полное насыщение микропровода происходит не в фиксированной точке, а в целом интервале значений продольного магнитного поля. Как будет показано в разделе 6.1.2., этот факт имеет важное значение для вычисления тензора магнитоимпеданса этого микропровода.

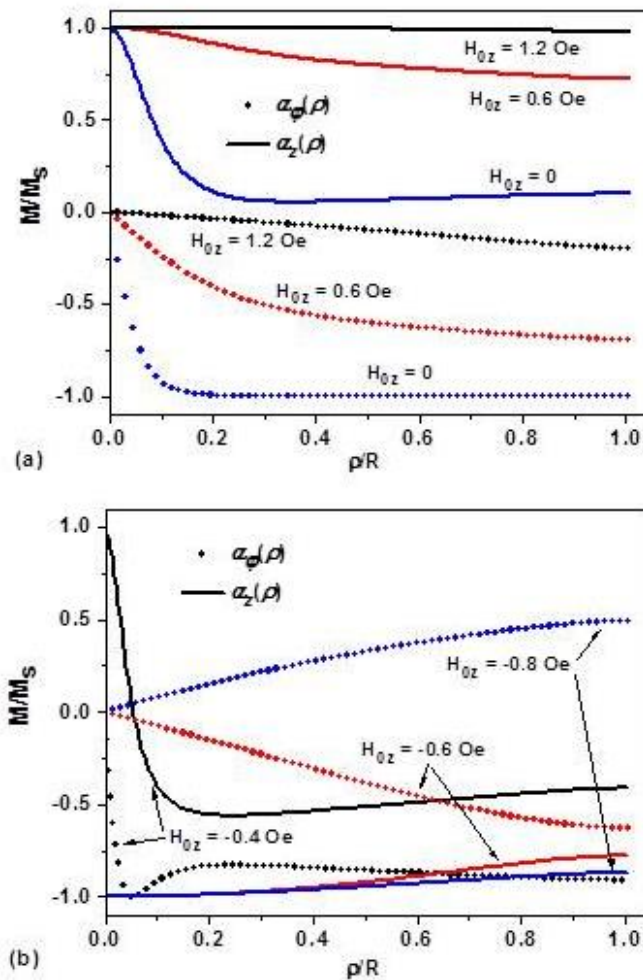


Рисунок 6.1. Эволюция компонент $\alpha_\phi(\rho)$ и $\alpha_z(\rho)$ единичного вектора намагниченности в отсутствии поля постоянного тока, $H_{0\phi} = 0$, при уменьшении продольного магнитного поля от значения $H_{0z} = 3.0$ Oe до $H_{0z} = -3.0$ Oe в интервале положительных а), и отрицательных б) магнитных полей.

Как показывает рисунок 6.1.а, при уменьшении приложенного поля до нуля, $H_{0z} = 0$, в центре микропровода, в интервале $0 \leq \rho/R < 0.15$ формируется обменный кор, где компоненты $\alpha_\phi(\rho)$ и $\alpha_z(\rho)$ плавно изменяются от 0 до 1 для исключения сингулярности намагниченности в точке $\rho = 0$. Как видно из Рис. 6.1.б, обменный кор сохраняется и в отрицательных магнитных полях, вплоть до значения $H_{0z} = -0.4$ Ое. При дальнейшем уменьшении приложенного поля компонента $\alpha_z(\rho)$ скачком меняет знак вблизи центра провода и обменный кор фактически исчезает. Соответствующее стационарное состояние провода показано на рисунке. 6.1.б в поле $H_{0z} = -0.6$ Ое. Заметим, что в силу малого отношения объема обменного кора к объему всего микропровода, эволюция обменного кора практически не отражается на продольной кривой намагничивания микропровода (см. рисунок 6.2а). Кроме того, эволюция обменного кора не оказывает влияния и на высокочастотные свойства микропровода, поскольку в силу наличия скин – эффекта важным оказывается лишь поведение компонент намагниченности в некоторой области вблизи поверхности микропровода.

Однако другое явление, которое демонстрирует рисунок 6.1.б, в действительности существенно сказывается на ГМИ-характеристиках микропровода со слабой геликоидальной анизотропией. Как видно из рисунка 6.1.б, в точке $H_{0z} < -0.6$ Ое циркулярная компонента единичного вектора намагниченности остается отрицательной, $\alpha_\phi(\rho) < 0$. Но при дальнейшем уменьшении продольного магнитного поля происходит скачок этой компоненты к положительным значениям. Стационарное состояние микропровода с положительным значением $\alpha_\phi(\rho) > 0$ показано на рисунке 6.1.б в поле $H_{0z} = -0.8$ Ое. Скачок появляется из-за того, что продольная компонента намагниченности стала отрицательной во всем объеме микропровода, $\alpha_z < 0$, а минимум члена $2K_e \tilde{\sigma}_{\phi z} \alpha_\phi \alpha_z$ достигается при положительных значениях циркулярной компоненты, $\alpha_\phi(\rho) > 0$, поскольку замороженная недиагональная компонента тензора закалочных напряжений не изменяется в процессе перемангничивания микропровода и остается положительной, $\tilde{\sigma}_{\phi z} > 0$. Конечно, для микропровода с

геликоидальной анизотропией возможны оба знака этой компоненты. Но разумно предположить, что в данном достаточно коротком отрезке микропровода, $L \sim 1$ см, знак компоненты $\tilde{\sigma}_{\varphi z}$ фиксирован и определяется условиями закалки микропровода. Заметим, что для микропровода с чисто циркулярной анизотропией магнито упругая энергия инвариантна относительно изменения знаков компонент единичного вектора намагниченности. Поэтому состояния микропровода с распределениями намагниченности $\pm\alpha_\varphi(\rho)$ являются эквивалентными при любом значении приложенного магнитного поля H_{0z} .

Как показывает рисунок 6.1, компоненты $\alpha_\varphi(\rho)$ и $\alpha_z(\rho)$ всегда являются медленными функциями радиальной координаты в некоторой области вблизи поверхности микропровода, которая в силу наличия скин эффекта определяет высокочастотные свойства микропровода. Поэтому в дальнейшем нам достаточно будет анализировать поведение этих компонент на поверхности микропровода, при $\rho = R$.

Рисунок 6.2.а демонстрирует поведение циркулярной компоненты $\alpha_\varphi(R)$ в зависимости от знака недиагональной компоненты стресса $\tilde{\sigma}_{\varphi z}$ при перемагничивании микропровода в приложенном магнитном поле, которое квазистатически уменьшается в интервале полей от $H_{max} = 4$ Э до -4 Э. Как показывает рисунок 6.2.а, при $H_{0z} = H_{max}$, когда компонента $\alpha_z \approx 1$, знак циркулярной компоненты определяется знаком компоненты стресса $\sigma_{\varphi z}$. Действительно, при $\alpha_z \approx 1$ минимум магнитоупругой энергии (6.1) достигается при $\alpha_\varphi < 0$, если $\sigma_{\varphi z} > 0$, и при $\alpha_\varphi > 0$ если $\sigma_{\varphi z} < 0$. При уменьшении приложенного магнитного поля до нуля α_φ компонента сохраняет свой знак. Как следует из рисунка 6.1.а, в области малых полей, $H_{0z} \approx 0$, продольная компонента α_z близка к нулю в основном объеме микропровода. Поэтому влияние члена $2K_e \tilde{\sigma}_{\varphi z} \alpha_\varphi \alpha_z$ несущественно, и свойства микропровода не отличаются от таковых для микропровода с чисто циркулярной анизотропией [14]. Так, в области магнитных полей $|H_{0z}| < H_{0z}^*$ в микропроводе могут существовать стационарные состояния с

обоими направлениями вращения намагниченности. Но в поле $|H_{0z}| \geq H_{0z}^*$, когда компонента α_z становится достаточно большой по абсолютной величине, геликоидальная добавка к магнитоупругой энергии существенна, так что одно из направлений вращения циркулярной компоненты, которому соответствует большая магнитоупругая энергия, теряет устойчивость. На рисунке 6.2.а скачок циркулярной компоненты происходит в поле $H_{0z}^* = -0.67$ Ое для обоих значений компоненты $\sigma_{\varphi z}$. Заметим, что скачок циркулярной компоненты микропровода приводит лишь к небольшой особенности в продольной компоненте намагниченности, $\alpha_z(R)$, которая показана на рисунке 6.2.а пунктирной кривой. Можно показать, что зависимость компоненты $\alpha_z(R)$ от приложенного поля практически совпадает со средней продольной намагниченностью микропровода, $m_z = M_z(H_{0z})/M_s$. Поэтому поле, в котором происходит скачок циркулярной компоненты вряд ли можно обнаружить экспериментально, измеряя зависимость $m_z(H_{0z})$. Однако изменение знака циркулярной компоненты отражается на смене знака недиагональной компоненты тензора гигантского магнитоимпеданса.

Циркулярное магнитное поле постоянного тока, текущего по микропроводу, может стабилизировать поведение компоненты α_φ при перемагничивании микропровода полем H_{0z} . Как показывает рисунок 6.2.б., уже при токе $I_{dc} = 0.7$ та, когда магнитное поле на поверхности микропровода составляет всего лишь $H_{0\varphi} = 0.13$ Ое, скачок циркулярной компоненты единичного вектора намагниченности исчезает, а сама компонента α_φ становится положительной, приобретая вращение вдоль направления поля постоянного тока. Дальнейшее увеличение тока до $I_{dc} = 4.7$ та не меняет ситуацию качественно, а приводит лишь к увеличению эффективного поля анизотропии микропровода. Аналогично, при отрицательных токах, $I_{dc} \leq -0.7$ та, происходит стабилизация поведения отрицательной циркулярной компоненты, $\alpha_\varphi < 0$.

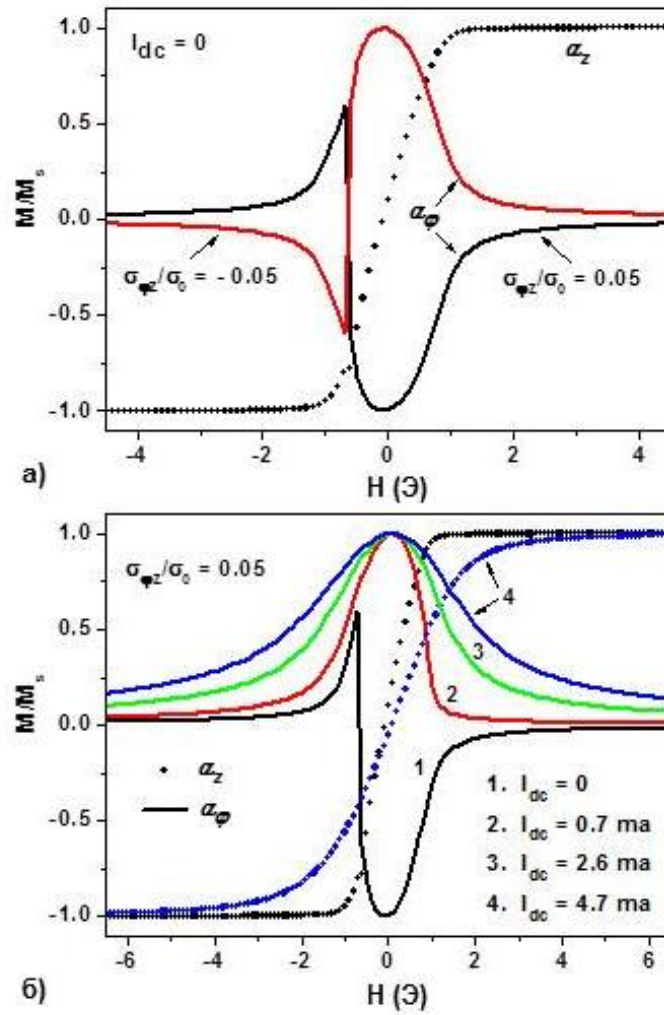


Рисунок 6.2. Зависимость процесса перемагничивания для круговой компоненты единичного вектора намагниченности на поверхности микропровода от: а) знака недиагональной компоненты тензорного напряжения; б) от силы постоянного тока, протекающего вдоль микропровода.

6.1.2 Расчет компонент тензора магнитоимпеданса.

Расчет компонент тензора магнитоимпеданса для микропровода с геликоидальной анизотропией, проведенный в [30] аналогичен расчету,

проведенному для микропровода с чисто циркулярной анизотропией [14]. Ниже приведены расчеты, выполненные в [30].

Уравнения Максвелла для высокочастотных компонент поля e_z , e_φ , h_z , h_φ и h_ρ имеют прежний вид

$$-\frac{\partial e_z}{\partial \rho} = ik_0(h_\varphi + 4\pi M_s \alpha_\varphi^{(1)}); -\frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho}(\rho e_\varphi) = ik_0(h_z + 4\pi M_s \alpha_z^{(1)}); h_\rho + 4\pi M_s \alpha_\rho^{(1)} = 0, \quad (6.9)$$

где $k_0 = \omega/c$, $\omega = 2\pi f$ есть круговая частота, а высокочастотная поправка к единичному вектору намагниченности есть

$$\vec{\alpha}^{(1)} = (\alpha_\rho^{(1)}, \alpha_\varphi^{(1)}, \alpha_z^{(1)}). \quad (6.10)$$

Невозмущенный единичный вектор намагниченности (6.4) можно записать как $\vec{\alpha}^{(0)} = (0, \sin \theta, \cos \theta)$, где $\sin \theta = \alpha_\varphi^{(0)}(R)$ и $\cos \theta = \alpha_z^{(0)}(R)$. Из условия нормировки единичного вектора намагниченности следует соотношение

$$\sin \theta \alpha_\varphi^{(1)} + \cos \theta \alpha_z^{(1)} = 0. \quad (6.11)$$

Поправку (10) можно определить, решая линеаризованное уравнение Ландау-Лифшица Гильберта

$$-i\omega \vec{\alpha}^{(1)} = -\gamma [\vec{\alpha}^{(1)}, H_{ef}^{(0)}] - \gamma [\vec{\alpha}^{(0)}, H_{ef}^{(1)}] - i\kappa \omega [\vec{\alpha}^{(0)}, \vec{\alpha}^{(1)}], \quad (6.12)$$

где: γ есть гиромагнитное отношение, κ - постоянная магнитного затухания. Отличные от нуля компоненты невозмущенного вектора эффективного магнитного поля можно получить из соотношений (6.6) – (6.7)

$$\begin{aligned} H_{ef,\varphi}^{(0)} &= -H_a [\tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} \sin \theta + \tilde{\sigma}_{\varphi z} \cos \theta] + H_{0\varphi}; \\ H_{ef,z}^{(0)} &= -H_a [\tilde{\sigma}_{zz} \cos \theta + \tilde{\sigma}_{\varphi z} \sin \theta] + H_{0z}. \end{aligned} \quad (6.13)$$

В (6.13) мы пренебрегаем обменным вкладом и медленной радиальной зависимостью компонент тензора закалочных напряжений, полагая вблизи поверхности микропровода $\tilde{\sigma}_{ij} \approx \tilde{\sigma}_{ij}(R)$. Поправка первого порядка по высокочастотному возмущению к вектору эффективного магнитного поля имеет вид

$$H_{ef,\rho}^{(1)} = h_\rho; \quad H_{ef,\varphi}^{(1)} = h_\varphi - H_a [\tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} \alpha_\varphi^{(1)} + \tilde{\sigma}_{\varphi z} \alpha_z^{(1)}]; \quad H_{ef,z}^{(1)} = h_z - H_a [\tilde{\sigma}_{zz} \alpha_z^{(1)} + \tilde{\sigma}_{z\varphi} \alpha_\varphi^{(1)}]. \quad (6.14)$$

Решение уравнений (6.12) – (6.14) с учетом условия (6.11) позволяет установить, что правые части уравнений (6.9) могут быть приведены к виду

$$\begin{aligned} h_\varphi + 4\pi M_s \alpha_\varphi^{(1)} &= (1 + \mu_{ef} \cos^2 \theta) h_\varphi - \mu_{ef} \sin \theta \cos \theta h_z; \\ h_z + 4\pi M_s \alpha_z^{(1)} &= -\mu_{ef} \sin \theta \cos \theta h_\varphi + (1 + \mu_{ef} \sin^2 \theta) h_z, \end{aligned} \quad (6.15)$$

где эффективная магнитная проницаемость μ_{ef} есть $\mu_{ef} = \omega_m / D$, причем

$$D = \omega_{h0z} \cos \theta + \omega_{h0\varphi} \sin \theta - \omega_K (\tilde{\sigma}_{zz} - \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi}) \cos 2\theta - 4\omega_K \tilde{\sigma}_{\varphi z} \sin \theta \cos \theta - i\kappa\omega + \frac{\omega^2 \sin \theta}{\omega_{h0\varphi} - \omega_K \tilde{\sigma}_{\varphi z} \cos \theta + (\omega_m - \omega_K \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} - i\kappa\omega) \sin \theta}. \quad (6.16)$$

Здесь введены следующие обозначения: $\omega_m = 4\pi M_s \gamma$, $\omega_K = \gamma H_a$, $\omega_{h0z} = \gamma H_{0z}$, $\omega_{h0\varphi} = \gamma H_{0\varphi}$.

Таким образом, можно видеть, что исходная электродинамическая задача (6.9) свелась в точности к системе уравнений Максвелла для микропровода с чисто циркулярной анизотропией со следующими отличиями [14]. Во первых, имеется другое уравнение равновесия магнитного момента микропровода, которое следует из соотношений (6.8), (6.13). Это уравнение равновесия учитывает особенности процесса перемагничивания микропровода со слабой геликоидальной анизотропией, которые детально обсуждались в разделе 6.1.1. Кроме того, для этого микропровода получено другое, более сложное уравнение (6.16) для эффективной магнитной проницаемости, в котором полюс магнитной проницаемости фактически устраняется за счет наличия недиагональной

компоненты тензора закалочных напряжений $\tilde{\sigma}_{\varphi z}$. Заметим, что для микропровода с чисто циркулярной анизотропией циркулярная компонента α_{φ} тождественно обращается в нуль при $|H_{0z}| \geq H_a$. В результате, структура тензора магнитной проницаемости микропровода скачком изменяется в точке $|H_{0z}| = H_a$, так что уравнения (6.9) должны решаться отдельно в областях $|H_{0z}| < H_a$ и $|H_{0z}| \geq H_a$, соответственно. Как мы подчеркивали выше, для данного микропровода компонента α_{φ} отлична от нуля фактически во всей существенной области изменения приложенного магнитного поля, и в этой области применимы соотношения (6.15), (6.16).

Диагональная и недиагональная компоненты тензора гигантского магнитоимпеданса определяются [14] соотношениями $Z_{zz}(f, H_{0z}) = e_z(R)/I_z$ и $Z_{\varphi z}(f, H_{0z}) = e_{\varphi}(R)/I_z$, соответственно, где I_z есть полный ток, протекающий через сечение микропровода. Расчет этих компонент проведен по схеме, изложенной в работе [14], с учетом уравнения (6.16) для эффективной магнитной проницаемости микропровода. При этом невозмущенные компоненты $\sin \theta$ и $\cos \theta$ единичного вектора намагниченности для каждого значения поля H_{0z} определяются с помощью микромагнитного моделирования, как это описано выше в разделе 6.1.1.

Проанализируем зависимость компонент тензора магнитоимпеданса микропровода от величины постоянного стабилизирующего тока I_{dc} . Для микропровода с указанными выше магнитными параметрами скачок циркулярной компоненты α_{φ} при перемагничивании микропровода исчезает при токе $I_{dc} \geq 0.6$ та. Как показывает рисунок 6.3.а., при этом исчезает слабая особенность на зависимости $Z_{zz} \cdot \text{Re}(H_{0z})$ и сама эта зависимость становится несимметричной. С увеличением амплитуды тока до $I_{dc} = 2.6$ та падает амплитуда максимумов на кривой $Z_{zz} \cdot \text{Re}(H_{0z})$, поскольку эффективное поле анизотропии микропровода увеличивается. Гораздо интереснее, однако, поведение недиагональной компоненты магнитоимпеданса в зависимости от I_{dc} . Как показывает рисунок 6.3.б., при отсутствии стабилизирующего тока ($I_{dc} = 0$), компонента $Z_{\varphi z}(H_{0z})$

скачкообразно меняет знак в той же точке $H_{0z}^* = -0.67$ Ое, где происходит смена знака циркулярной компоненты α_φ . Кривая 1 на рисунке 6.3.б построена в предположении, что приложенное магнитное поле уменьшается в интервале от 7.5 Э до -7.5 Э. При изменении приложенного поля в обратном направлении, от -7.5 Э до 7.5 Э, аналогичный скачок компоненты $Z_{\varphi z}$ происходит в положительном поле, $H_{0z}^* = +0.67$ Ое. Таким образом, существование указанного скачка недиагональной компоненты магнитоимпеданса однозначно свидетельствует о наличии недиагональной компоненты стресса $\sigma_{\varphi z}$ в магнитоупругой энергии микропровода. Как показывает рисунок 6.3.б., при наличии стабилизирующего тока достаточной амплитуды, $I_{dc.} \geq 0.6$ мА, зависимость $Z_{\varphi z}(H_{0z})$ становится регулярной. Поскольку в области слабых полей наклон кривой очень резок, зависимость $Z_{\varphi z}(H_{0z})$ можно использовать для создания нового типа чувствительного датчика магнитного поля.

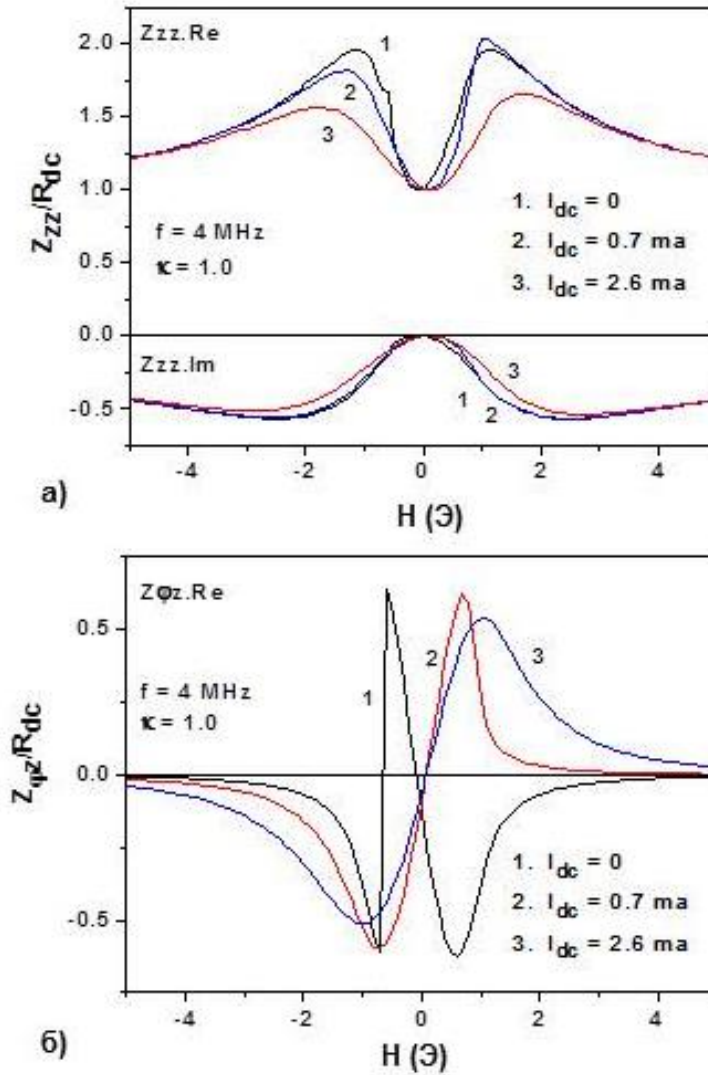


Рисунок 6.3. Зависимость диагональной а) и недиагональной б) компонент тензора магнитоимпеданса аморфного микропровода со слабой геликоидальной анизотропией от амплитуды постоянного стабилизирующего тока I_{dc} .

При протекании по микропроводу переменного электрического тока, наводимая в приемной катушке ЭДС, $E = 2\pi R_c N_c e_\phi(R_c)$, пропорциональна количеству витков приемной катушки N_c и амплитуде циркулярной компоненты электрического поля в катушке, $e_\phi(R_c)$, где R_c есть радиус приемной катушки. Можно показать [166], что в условиях ГМИ-эффекта вне микропровода циркулярная компонента электрического поля уменьшается приблизительно обратно пропорционально радиальной координате, так что $e_\phi(R_c) = R e_\phi(R)/R_c$, где R есть радиус металлического кора микропровода. С другой стороны, в линейном

режиме по амплитуде переменного тока I_z циркулярная компонента электрического поля определяется off-diagonal component of the microwire impedance, $e_\phi(R) = I_z Z_{\phi z}(f, H)$. Поэтому наводимая в приемной катушке ЭДС равна $E = 2\pi R N_c I_z Z_{\phi z}(f, H)$.

Таким образом, чувствительность ГМИ-датчика к приложенному магнитному полю, кроме параметров N_c и I_z определяется зависимостью от поля недиагональной компоненты $Z_{\phi z}(f, H)$. Как следует из теории [14,30], в слабых приложенных магнитных полях, $|H| < H_a$, где H_a есть поле анизотропии микропровода недиагональная компонента $Z_{\phi z}(f, H)$ пропорциональна приложенному магнитному полю, $Z_{\phi z}(f, H) \approx CH$. При этом, коэффициент пропорциональности $C = dZ_{\phi z}/dH$ зависит от частоты переменного тока f и от целого ряда параметров микропровода (распределения закалочных напряжений по сечению микропровода, константы магнитострикции λ , эффективного магнитного затухания κ , амплитуды слабого постоянного тока и т.д.). Поэтому анализ зависимости $Z_{\phi z}(f, H)$ от приложенного поля H можно провести лишь с помощью численного моделирования [14,166], на основе микромагнитного расчета распределения намагниченности в микропроводе в зависимости от приложенного внешнего магнитного поля, и решения соответствующих уравнений Максвелла для высокочастотных компонент электромагнитного поля.

Экспериментальные результаты и численные расчеты недиагональных компонент тензора магнитного импеданса для двух кобальтовых микропроводов с различными диаметрами металлической жилы и стеклянной оболочки (и соответственно, с существенно различными остаточными закалочными напряжениями) были представлены в [166]. На рисунке 6.4.а.б. приведены результаты численных расчетов (сплошные кривые) и экспериментальные данные (точки) недиагональных компонент тензора магнитного импеданса для двух Со микропроводов (№1 и №2), измеренные как функции приложенного магнитного поля, которое уменьшается от положительных к отрицательным значениям.

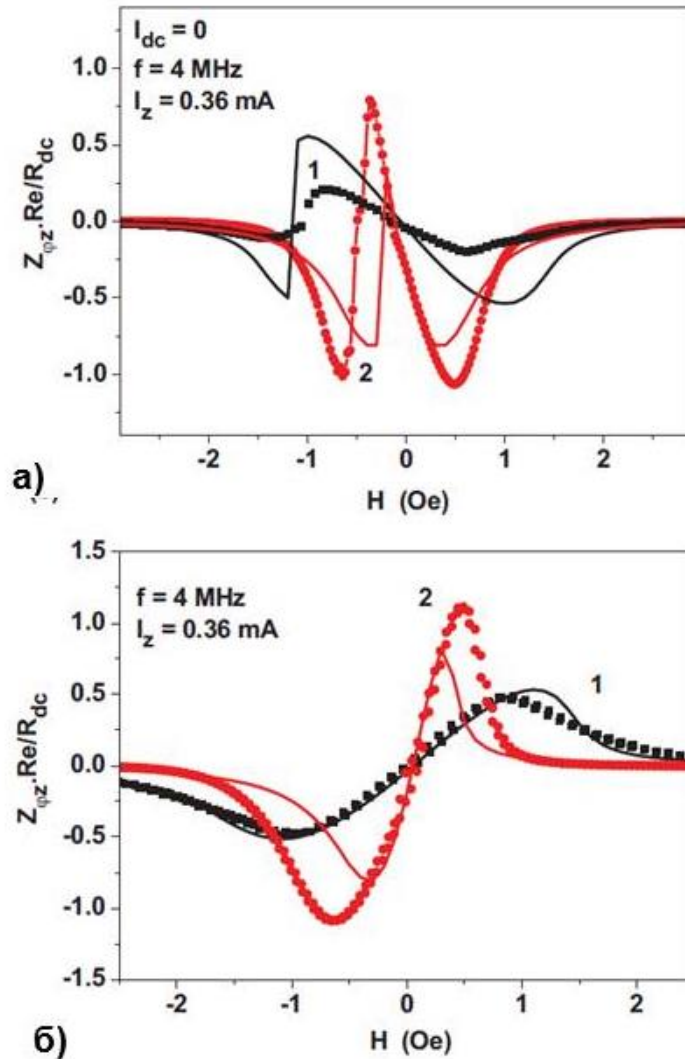


Рисунок 6.4. Кривые недиагональной компоненты тензора магнитного импеданса Со микропроводов №1 и №2, измеренные как функции приложенного магнитного поля, которое уменьшается от положительных к отрицательным значениям. Точки представляют экспериментальные данные, сплошные линии показывают результаты численного моделирования: а) нет постоянного тока смещения $I_{dc} = 0$; б) при постоянном токе смещения $I_{dc} = 0,6$ мА.

Микропровод №1 (черные кривые), имел диаметр металлической жилы $d = 21,4$ мкм и диаметр стеклянной оболочки $D = 26,2$ мкм, а микропровод №2 (красные кривые) - $d = 22,4$ мкм и $D = 22,8$ мкм, соответственно. Экспериментальные данные были получены при возбуждении микропроводов переменным током $I_{ac} = 0.36$ мА, $f = 4$ МГц в отсутствии постоянного тока смещения, $I_{dc} = 0$, рисунок 6.4.а. и при дополнительном постоянном токе смещения $I_{dc} = 0,6$ мА, рисунок 6.4.б. Численное моделирование было выполнено

в предположении существования малой недиагональной компоненты тензора напряжений $\sigma_{yz} \ll 1$. Амплитуда этой компоненты рассматривалась как регулируемый параметр, который определялся путем сравнения с экспериментальными данными. Из представленных на рисунке 6.4.а. данных следует, что в каждом микропроводе недиагональная компонента меняет знак при определенных отрицательных значениях приложенного магнитного поля. Этот эффект особенно выражен для микропровода №2 (красные кривые), в котором скачок недиагональной компоненты начинается при $H_{0z} = -0,36$ Э.

Скачок циркулярной компоненты намагниченности микропровода устраняет магнитное поля постоянного тока смещения достаточной амплитуды. Представленные на рисунке.17.б. кривые недиагональной компоненты тензора магнитного импеданса микропроводов, измеренные при пропускании дополнительного постоянного тока смещения $I_{dc} = 0,6$ мА, уже не имеют скачков. Полученные результаты использовались в дальнейшем при разработке недиагональных магнитоимпедансных датчиков на основе аморфных микропроводов.

6.2 Недиagonalный магнитоимпедансный датчик с геликоидальной анизотропией и ГМИ-магнитометр на его основе.

6.2.1 Характеристики ГМИ-датчика на основе аморфного ферромагнитного микропровода

Для проведения исследований магнитоимпедансных характеристик были отобраны микропровода на основе кобальта в стеклянной оболочке с циркулярным типом анизотропии, характеризующиеся малым гистерезисом, низким полем анизотропии и небольшой отрицательной константой

магнитострикции. Квазистатические гистерезисные характеристики микропроводов измерялись с помощью вибрационного магнитометра, описанного в разделе 2.3. Константа магнитострикции микропровода была оценена методом малоуглового вращения вектора намагниченности, представленным в разделе 2.3. В качестве примера, на рисунке 6.5. приведена петля гистерезиса отрезка микропровода длиной 5 мм, измеренная с помощью вибрационного магнитометра. Видно, что характеристика имеет практически линейный участок в области магнитных полей ± 1 Э, а поле анизотропии микропровода равно приблизительно 1.2 Э. Состав, диаметры и магнитные параметры микропровода, отобранного для измерения ГМИ-характеристик, приведены в Таблице 6.1.

Для измерения диагональной и недиагональной ГМИ-характеристик микропровода был изготовлен специальный держатель размером 40×20 мм (ГМИ-держатель), который имел разводку для подключения отрезка микропровода длиной 10 мм и приемной катушки. Приемная катушка диаметром 0.5 мм и длиной 7 мм была изготовлена вручную из 50 мкм медного провода и содержала 85 витков. Подключение микропровода осуществлялось при помощи пайки, после удаления стеклянной оболочки на концах микропровода острым скальпелем. На рисунке 6.6. приведена фотография ГМИ-держателя и схема подключения микропровода и приемной катушки при измерении недиагональной ГМИ-компоненты. Диагональная и недиагональная ГМИ-компоненты микропровода регистрировались с помощью специальной измерительной электроники, рассмотренной ранее в разделе 2.5.

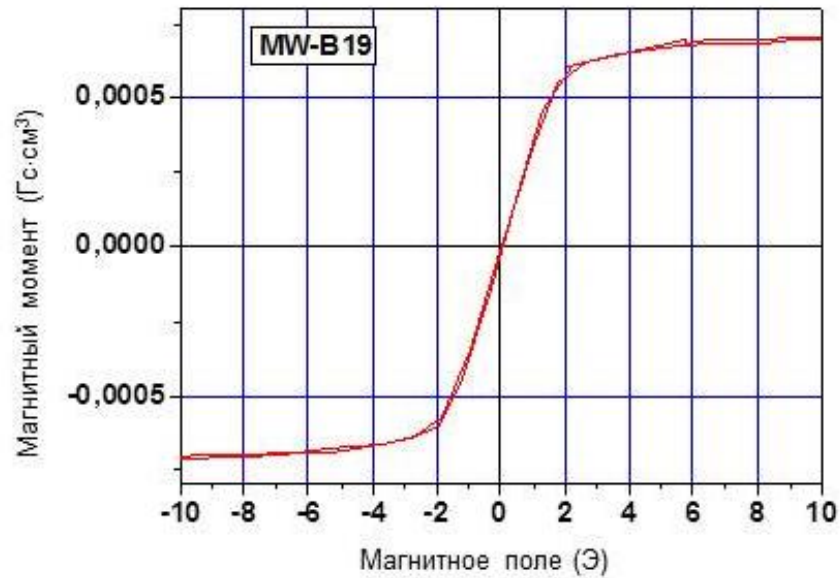
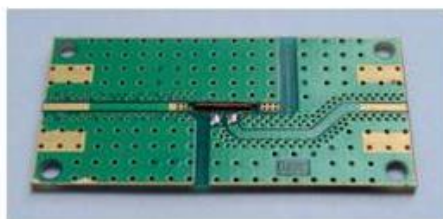


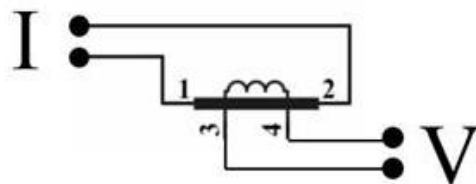
Рисунок 6.5. Петля гистерезиса отрезка микропровода длиной 5 мм, измеренная с помощью вибрационного магнитометра.

Таблица 6.1. Параметры микропровода, используемого в ходе исследований.

Состав микропровода	$\text{Co}_{67}\text{Fe}_{3.85}\text{Ni}_{1.45}\text{B}_{11.5}\text{Si}_{14.5}\text{Mo}_{1.7}$
Диаметр металлической жилы, d	$21.4 \mu\text{m}$
Полный диаметр, D	$26.4 \mu\text{m}$
Намагниченность насыщения, M_s	$\sim 500 \text{ emu/cm}^3$
Поле анизотропии, H_a	$\sim 1.2 \text{ Oe}$
Константа магнитострикции, λ_s	$-3 \cdot 10^{-7}$



а)



б)

Рисунок 6.6. Плата ГМИ-датчика: (а) фотография платы ГМИ-держателя; (б) схема подключения при измерении недиагональной ГМИ-компоненты микропровода.

В процессе измерений ГМИ-держатель соединялся с измерительной системой с помощью экранированных витых пар длиной 0.5 м и располагался внутри кольцевой магнитной системы, помещенной в пермалловый магнитный экран. В кольцевой магнитной системе создавалось линейно нарастающее магнитное поле амплитудой ± 15 Э. Через микропровод пропусклся синусоидальный ток частотой 4 МГц и амплитудой 0.35 мА. Дополнительно через микропровод мог пропускаться постоянный ток смещения с регулируемой амплитудой в диапазоне от 0 мА до 4.5 мА. При измерении диагональной компоненты импеданса микропровода напряжение частотой 4 МГц регистрировалось непосредственно на выходных контактах микропровода. При измерении недиагональной компоненты сигнал ЭДС на частоте 4 МГц регистрировался на концах приемной катушки. После усиления сигналы диагональной/недиагональной компоненты детектировались и соответствующие низкочастотные огибающие записывались устройством сбора данных в зависимости от воздействующего линейного магнитного поля. На рисунке 6.7. приведены экспериментально измеренные зависимости диагональной (а) и недиагональной (б) компонент тензора магнитоимпеданса микропровода в отсутствии постоянного тока смещения и при протекании через микропровод постоянного тока I_{dc} амплитудой 0.7 мА. Из представленных данных следует, что диагональная компонента тензора импеданса микропровода практически не зависит от протекания тока смещения I_{dc} . Однако, в случае недиагональной компоненты импеданса, выходные сигналы существенно различались. При $I_{dc} = 0$, наблюдался сложный ГМИ-отклик, однако при добавлении небольшого тока смещения $I_{dc} = 0,7$ мА, ГМИ-отклик линеаризовался (красная кривая на рисунке 6.6. б.) Кроме того, характеристики идентичны как в случае линейно нарастающего магнитного поля так и в случае убывающего поля. Это показывает, что наличие небольшого постоянного тока смещения очень важно [166] для стабилизации поведения недиагональной магнитоимпедансной компоненты

микропровода. Итоговые параметры тестового ГМИ-датчика приведены в Таблице 6.2.

Таблица 6.2 Параметры тестового ГМИ-датчика .

Длина микропровода, L	10 mm
Сопротивление, R_{dc}	36 Ohm
Диаметр приемной катушки, d_{coil}	0.5 mm
Число витков приемной катушки, N	85
Переменный ток возбуждения, f_{ac} / I_{ac}	4 MHz / 0.22 mA
Постоянный ток смещения, I_{dc}	0.7 mA
Z_{zz}/R_{dc}	~ 1.75 (75%)
Поле анизотропии, H_a	~ 1.2 Oe
Чувствительность, V/H	~ 0.006 V/1Oe (60 V/1 T)

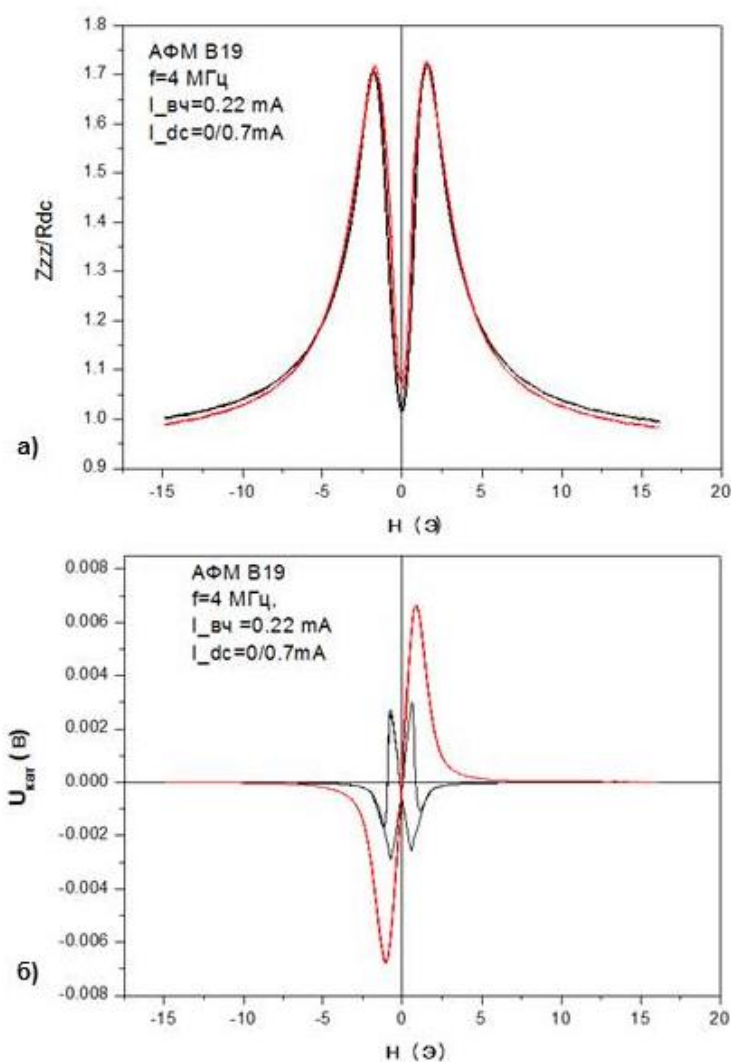


Рисунок 6.7. Компоненты тензора магнитоимпеданса микропровода в отсутствие постоянного тока смещения $I_{dc} = 0$ (черные кривые) и при $I_{dc} = 0,7$ мА (красные кривые) в зависимости от приложенного магнитного поля. (а) диагональная компонента, нормированная на постоянное сопротивление микропровода $R_{dc} = 36$ Ом; (б) недиагональная компонента приведена в единицах выходного напряжения на приемной катушке.

6.2.2 Работа ГМИ-сенсора в режиме магнитометра

Для работы в режиме магнитометра была разработана простая электронная схема регистрации выходного сигнала недиагонального ГМИ-датчика с обратной связью [28,158,167]. Функциональная схема магнитометра представлена на рисунке 6.8. Электроника состоит из генератора синусоидального сигнала,

источника постоянного тока и блока детектирования. Для возбуждения датчика использовались генератор и источник постоянного тока с регулируемой амплитудой переменного и постоянного токов (в нашем случае АС: 4 МГц/2,0 мА, постоянный ток: 0,7 мА). Блок детектирования состоит из малошумящего предусилителя, фазовращателя и синхронного детектора, выходной сигнал которого пропорционален внешнему магнитному полю, действующему на ГМИ-сенсор. Данный сигнал поступает на интегратор (ПИ-регулятор) с токовым выходом и через цепь обратной связи в виде токового сигнала поступает в противофазе в приемную катушку, ослабляя действующее магнитное поле. Таким образом ГМИ-сенсор работает в данной схеме в режиме нуль-детектора. Резистор R_2 ограничивает величину тока обратной связи и задает диапазон измеряемых магнитных полей. Выходной сигнал магнитометра служит мерой внешнего магнитного поля.

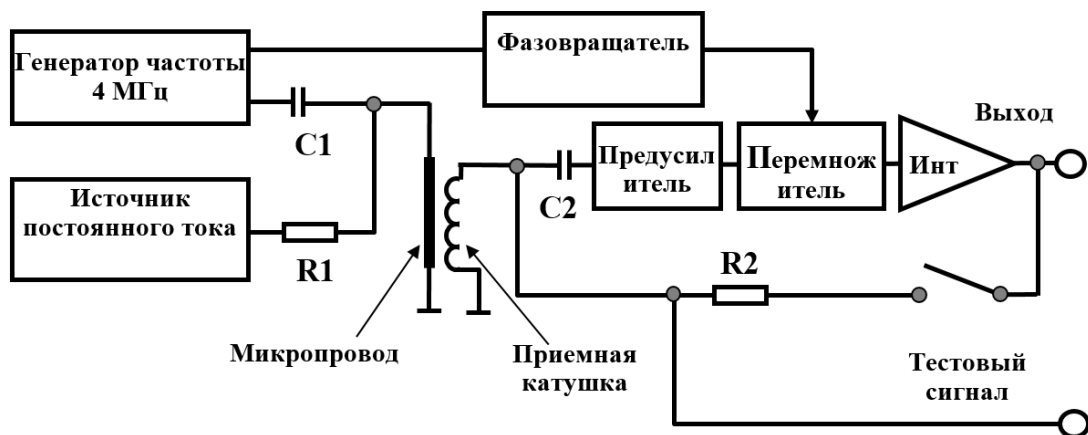


Рисунок 6.8. Функциональная-схема ГМИ-магнитометра.

На рисунке 6.9. приведены диапазоны выходных сигналов ГМИ-магнитометра для различных значений резистора обратной связи R_2 . В зависимости от величины резистора R_2 , при включенной обратной связи, измеряемый диапазон магнитных полей составлял $\pm 70 \mu\text{T}$ ($R_2 = 470 \text{ Ом}$) и $\pm 250 \mu\text{T}$ ($R_2 = 130 \text{ Ом}$), соответственно.

Шумовые характеристики ГМИ-магнитометра измерялись с помощью спектроанализатора ф. Оно Sokky SF-3200. Во время измерений ГМИ-сенсор размещался внутри пермаллового экрана. На рисунке 6.10. приведен шумовой спектр ГМИ-магнитометра в частотном диапазоне до 1000 Гц в режиме с динамическим диапазоном $\pm 70 \text{ } \mu\text{T}$. Среднеквадратичная плотность эквивалентного магнитного шума на частоте 300 Гц составила $\sim 10 \text{ пТ/Гц}^{1/2}$. На частоте 3 Гц шум вырос почти на порядок и составил $100 \text{ пТ/Гц}^{1/2}$.

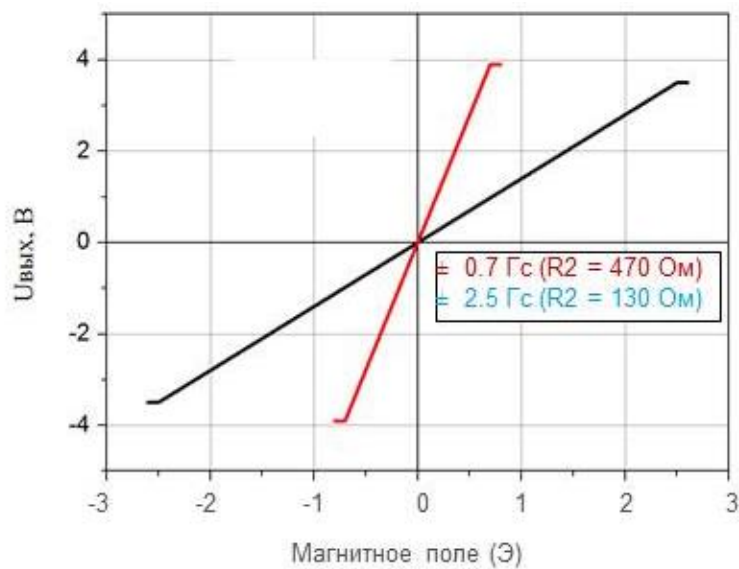


Рисунок 6.9. Диапазоны выходных сигналов ГМИ-магнитометра при различных двух значениях резистора обратной связи R2.

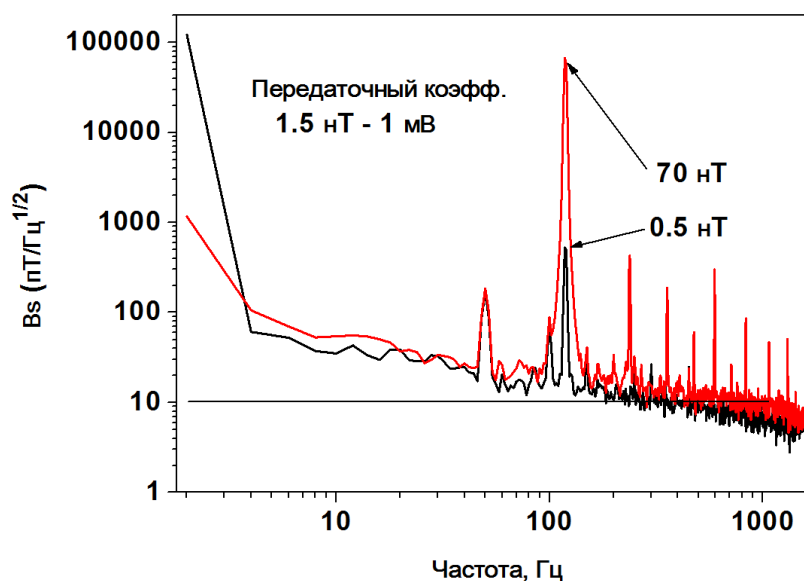


Рисунок 6.10. Шумовой спектр ГМИ-магнитометра в частотном диапазоне до 1000 Гц в режиме с динамическим диапазоном $\pm 70 \text{ } \mu\text{T}$.

6.2.3 Однокомпонентный цифровой ГМИ-магнитометр.

Изготовленный ГМИ-датчик и разработанная аналоговая электронная схема ГМИ-магнитометра использовались при создании опытного образца цифрового портативного однокомпонентного ГМИ-магнитометра. Опытный образец был разработан совместно с предприятием ООО "Магнитные и криоэлектронные системы" (г. Москва), что подтверждается актом внедрения, Приложение Б. Разработка ГМИ-магнитометра, предназначенного для измерения и цифровой индикации одной компоненты магнитного поля, выполнялась в рамках проекта программы «Приоритет 2030» [91].

Цифровой ГМИ-магнитометр объединяет миниатюрный выносной аналоговый ГМИ-модуль и небольшой модуль цифровой электроники. Аналоговый ГМИ-модуль содержит ГМИ-датчик, объединенный с электронной схемой регистрации сигнала. Модуль цифровой электроники содержит источник автономного питания с зарядным устройством, аналого-цифровой преобразователь (АЦП), микроконтроллер, органы управления и алфавитно-цифровой ЖК индикатор с подсветкой. Индикатор имеет три строки по 20 символов в каждой строке. В самой верхней строке индикатора отображается название (Magnetometer GMI). Во второй строке сверху отображается величина постоянного магнитного поля. Информация может быть представлена в милливольтках и нанотеслах. В правом нижнем углу индикатора отображается текущий уровень заряда аккумулятора в процентах.

Питание ГМИ-магнитометра осуществляется от Li-Ion аккумулятора. Зарядка аккумулятора осуществляется от сетевого адаптера с номинальным напряжением 5 В (USB). Внешний вид ГМИ-магнитометра приведен на рисунке 6.11 Положение ГМИ-датчика показано стрелкой на выносном ГМИ-модуле. Основные технические характеристики ГМИ-магнитометра приведены в Таблице 6.3.



Рисунок 6.11 Фотография цифрового однокомпонентного ГМИ-магнитометра

Таблица 6.3. Параметры ГМИ-магнитометра

Направление измеряемого магнитного поля	Вдоль оси микропровода
Диапазоны измерения магнитной индукции	+/- 70 μT , +/- 250 μT
Передаточный коэффициент	75 мВ/ μT , 20 мВ/ μT
Чувствительность по магнитному полю при 300 Гц при 3 Гц	10 пТ/Гц ^{1/2} 100 пТ/Гц ^{1/2}
Частотный диапазон	0-1000 Гц
Аналоговый выход	0 - 5 В
Потребляемая мощность	3.7 В $\times$ 90 мА
Li-Ion аккумулятор, типоразмер 18650	3.7 В
Габаритные размеры: - аналоговый ГМИ-модуль - цифровой модуль	12 $\times$ 20 $\times$ 60 мм ³ 50 $\times$ 95 $\times$ 161 мм ³

6.3 Сканирующий ГМИ-магнитометр

Как было сказано в заключении раздела 1.4., отрезок микропровода используемый в качестве магнитного концентратора, может сам являться магниточувствительным элементом благодаря наличию эффекта гигантского магнитного импеданса. В предыдущем разделе представлены результаты исследования возможности создания высокочувствительных ГМИ-датчиков и магнитометров для измерения однородных магнитных полей, например, компонент вектора магнитного поля Земли, остаточных магнитных полей внутри магнитных экранов, определения магнитной обстановки на производственных площадях и жилых помещениях. Кроме этого, благодаря своим малым размерам, ГМИ-датчики могут также использоваться в сканирующих магнитометрах для измерений слабых локальных магнитных полей. Относительно недавно, в работе [46], были измерены локальные магнитные поля вблизи японской купюры в тысячу йен, напечатанной магнитными чернилами. В данном разделе рассмотрены характеристики ГМИ-датчика и конструкция сканирующего ГМИ-магнитометра, представленные в [86]. На примере ряда слабомагнитных объектов продемонстрированы возможности метода сканирующей ГМИ-магнитометрии.

6.3.1 Конструкция ГМИ-датчика и сканирующего ГМИ-магнитометра.

Первый вариант сканирующего ГМИ-магнитометра был детально описан в работе [86]. На рисунке 6.12.а приведена его структурная схема, в которой основными составными частями являются ГМИ-магнитометр, немагнитный механизм X–Y позиционирования, магнитный экран и система сбора данных. На рисунке 6.13.а,б приведены общий вид сканирующего ГМИ-магнитометра и

первого варианта ГМИ-сенсора. В дальнейшем, усовершенствованный вариант сканирующего ГМИ-магнитометра был представлен в работе [89].

Датчик сканирующего ГМИ-магнитометра (рисунок 6.12.б) был изготовлен на основе отрезка 5 мм аморфного ферромагнитного микропровода в стеклянной оболочке. Магнитный кор микропровода имел диаметр $\sim 20 \mu\text{m}$ и состав Co-Fe-Cr-Si-B. На микропровод была намота миниатюрная приемная катушка диаметром 0.5mm и длиной 4mm (в другой версии длина катушки не превышала 0.5 мм). Регистрация полезного сигнала осуществлялась на частоте 4 МГц под действием возбуждающего синусоидального тока амплитудой 1 мА, приложенного к микропроводу. Индуцируемый в приемной катушке сигнал регистрировался с помощью электронной схемы, содержащей возбуждающий генератор, усилители, синхронный детектор и цепь обратной связи [75]. Калибровка ГМИ-магнитометра проводилась в однородном магнитном поле в кольцах Гельмгольца. Измеренный передаточный коэффициент ГМИ-сенсора составил 0.5 В/1 мГс. Полный диапазон измерений ГМИ-магнитометра составлял ± 50 мГс.

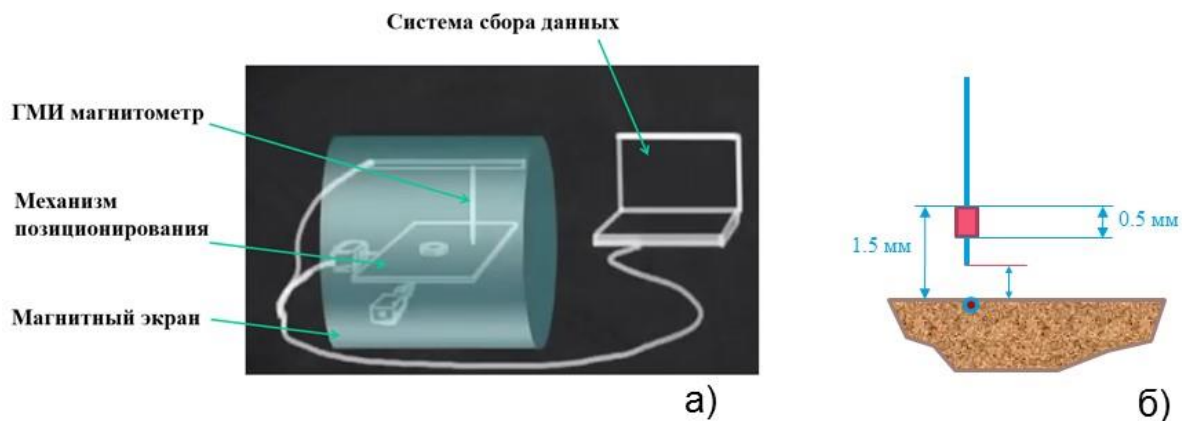


Рисунок 6.12. Сканирующий ГМИ-магнитометр: а) структурная схема ГМИ-магнитометра; б) геометрия ГМИ-датчика и его расположение относительно измеряемого объекта.

Для измерения локальных магнитных полей вблизи поверхности образца использовался немагнитный X–Y-механизм позиционирования. ГМИ-сенсор закреплялся на специальном подвижном держателе в вертикальном положении

(параллельно оси Z) на фиксированном расстоянии h относительно поверхности исследуемого образца, в пределах 0.2–0.5 мм. При проведении измерений подвижный держатель с ГМИ-датчиком мог перемещаться с помощью шаговых двигателей относительно исследуемого образца вдоль X - Y направлений. Максимальный размер площади сканирования составлял 150 *150 мм, минимальный шаг сканирования по X , Y направлениям составлял 0.1 мм. В процессе сканирования производилась запись величины Z -компоненты магнитной индукции, в зависимости от координаты X , Y вблизи поверхности образца.

Для устранения влияния магнитного поля Земли (~ 500 мГс) и магнитных полей сетевых помех 50 Гц (~ 5 мГс), измерения проводились внутри магнитного экрана из пермаллоя, обеспечивающего экранировку постоянных и низкочастотных магнитных полей более чем в 500 раз.

Обработка экспериментальных данных, измеряемых с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра, осуществлялась системой сбора данных с помощью программы для ЭВМ [90]. Данная программа предназначена для калибровки и визуализации пространственных распределений локальных магнитных полей рассеяния над исследуемыми образцами. Из трехмерных данных (X , Y , B_z) возможно выделять отдельные проекции – двумерные профили (X , B_z), (Y , B_z) которые могут сопоставляться с расчетными данными.



Рисунок 6.13 Сканирующий ГМИ-магнитометр: а) фотография общего вида ГМИ-магнитометра; б) фотография ГМИ-датчика с подводящими контактными .

Разработанный сканирующий ГМИ-магнитометр использовался для изучения магнитных полей токов проводимости и ионных токов, возникающих при коррозионных процессах, ансамблей магнитных наночастиц, отрезков аморфных ферромагнитных микропроводов и лент, а также при исследованиях образцов аустенитных сталей. Ниже кратко приведены примеры полученных результатов.

6.3.2 Магнитные поля токов проводимости и коррозионных токов.

Возможность измерения локальных магнитных полей токов проводимости и ионных токов, возникающих при коррозионных процессах, была продемонстрирована в [168].

В первой части данной работы были проведены тестовые измерения магнитного поля постоянного тока, протекающего по прямолинейному медному проводнику длиной 60 мм и диаметром 0,3 мм, закрепленному на плоском основании параллельно оси Y . ГМИ-сенсор (показан на вставке рисунка 6.14) измерял горизонтальную компоненту поля вдоль оси X на высоте Z от токовой линии. Измерения проводились при постоянном токе 2 мА, на трех разных высотах $Z_{1e} \approx 0,6$ мм, $Z_{2e} \approx 1,80$ мм, $Z_{3e} \approx 3,20$ мм. На рисунке 6.14. сплошными линиями (Z_{*e}) представлены экспериментальные зависимости эквивалентного выходного сигнала ГМИ-магнитометра от координаты X , пересчитанного с учетом передаточного коэффициента ГМИ-сенсора в однородном магнитном поле. Прерывистыми линиями (Z_{*t}) показаны усредненные по длине сенсора значения B_x компоненты индукции магнитного поля, вычисленные в каждой точке траектории ГМИ-сенсора. Вычисления усредненных значений поля по длине ГМИ-сенсора проводились с помощью компьютерной программы, которая рассчитывала на каждом элементарном участке ГМИ-сенсора соответствующее значение X -компоненты магнитного поля и интегрировала эти значения по длине датчика. Данные, представленные на рисунке 6.14, показывают качественное согласие усредненной B_x

компоненты по длине датчика и экспериментальных значений. Однако из рисунка 6.14. следует, что на всех трех высотах усредненная теоретическая оценка индукции магнитного поля больше полученного экспериментального значения приблизительно в $k \sim 1.4$ раза. По-видимому, наличие данного коэффициента связано с влиянием размагничивающего фактора микропровода ГМИ-сенсора. Дополнительный коэффициент k учитывался в дальнейшем при оценке локальных магнитных полей коррозионных токов модельного образца.

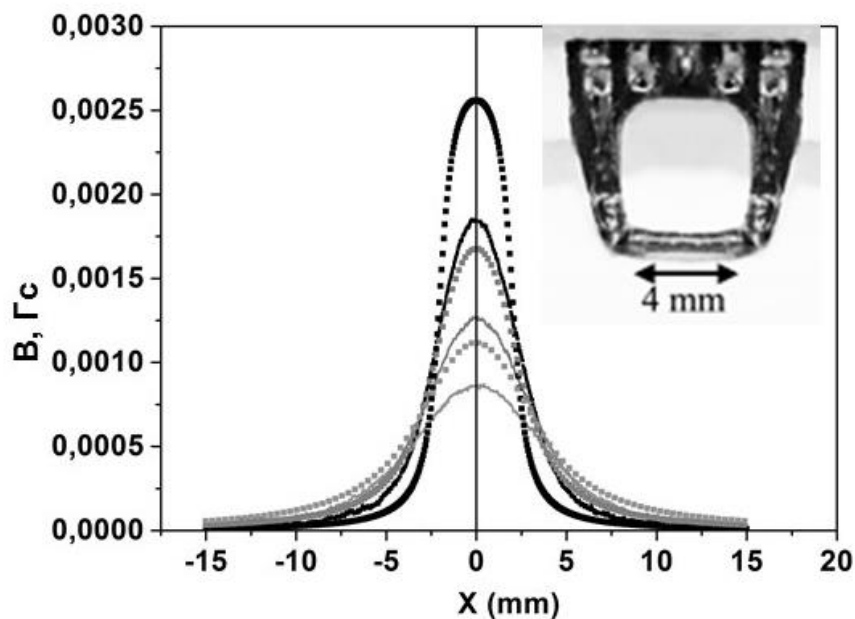


Рисунок 6.14. Экспериментальные (сплошные линии) и усредненные теоретические (прерывистые линии) зависимости B_x компоненты магнитного поля однопроводной токовой линии в зависимости от координаты X при проходах датчика на различных высотах, $Z_1 \approx 0,6$ мм, $Z_2 \approx 1,80$ мм, и $Z_3 \approx 3,20$ мм, над токовой линией. На вставке показан вид ГМИ-датчика для измерения горизонтальной компоненты магнитного поля [168].

Во второй части были проведены измерения магнитного поля коррозионных токов. В качестве модельного образца для проведения in-situ коррозионных исследований с помощью ГМИ-магнитометра была выбрана система «цинк-медь» в растворе серной кислоты. Исследуемый образец представлял собой толстую медную пластину (содержание меди – не менее 99,95 %) со стороной квадратной поверхности 3.0 см, с запрессованной в ее

центре цилиндрической вставкой из цинка (содержание цинка – не менее 99,98 %) диаметром 0.15 см. Указанный образец можно рассматривать в качестве модели отдельно функционирующего питтинга [169,170], поскольку при питтинговой коррозии площадь питтинга, который является анодом, намного меньше площади остальной катодной поверхности материала.

Перед измерениями медный образец помещался в пластиковую кювету, которая закреплялась на подвижной платформе и заполнялась раствором 1 % H_2SO_4 так, что высота уровня раствора над образцом составляла не менее 0,5 см. При погружении образца «цинк-медь» в раствор 1 % H_2SO_4 реализуется следующий коррозионный процесс:

- торец цинковой проволоки – анод: $\text{Zn} \rightarrow \text{Zn}^{2+} + 2\text{e}^-$;
- поверхность меди – катод: $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_{2(\text{г})} \uparrow$

В данном процессе положительно заряженные ионы движутся от анода к катоду и компенсируются электронным током в металле. Такие токи должны порождать циркулярное магнитное поле, максимальное вблизи анода (торец цинковой проволоки) и затухающее при удалении от него. Из предварительных прямых коррозионных испытаний гравиметрическим методом (ASTM G 31-72 (2004)) были определены скорость потери массы образца в 1 % растворе H_2SO_4 и величина анодного тока коррозии составившие, $K_m = 1121 \pm 15 \text{ г/м}^2 \times \text{ч}$ и $J = 1,62 \pm 0.06 \text{ мА}$, соответственно.

При регистрации магнитных полей, порождаемых коррозионными токами, ГМИ-сенсор, как и случае измерения поля прямого тока, располагался горизонтально, вдоль оси X . При этом П-образный держатель обеспечивал беспрепятственное движение раствора вокруг сенсора. На рисунке 6.15 показаны результаты измерений эквивалентного выходного сигнала ГМИ-магнитометра, соответствующие значениям X -компоненты магнитного поля коррозионных токов, $\langle B_x(x) \rangle$, в зависимости от координаты X . Черная и серая кривые соответствуют проходам датчика на расстоянии $Y_1 = 0.7 \text{ мм}$ и $Y_2 = 1.5 \text{ мм}$ от края коррозионного центра на высоте $Z \approx 0,4 \text{ мм}$. Измеренные

зависимости имели максимум в точке, соответствующей минимальному расстоянию от ГМИ-сенсора до цинкового центра и по виду совпадали с измеренными кривыми циркулярного магнитного поля токов проводимости, рисунок 6.14. По известной величине максимума поля, расстояния до коррозионного центра и с учетом коэффициента k , определенного из токовых измерений, была получена оценка величины анодного тока коррозии, составившая ~ 1.5 мА. Данное значение качественно согласуется с величиной тока коррозии, полученной при гравиметрических испытаниях.

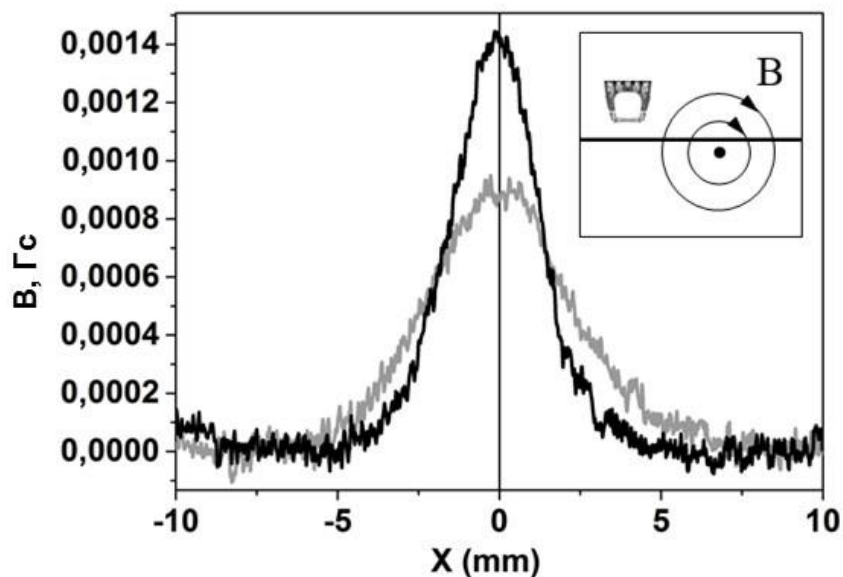


Рисунок 6.15. Экспериментальные зависимости B_x компоненты магнитного поля модельного коррозионного центра в зависимости от координаты X при проходах датчика на расстоянии $Y_1 = 0.7$ мм (черная кривая) и $Y_2 = 1.5$ мм (серая кривая) от коррозионного центра на высоте $Z \approx 0,4$ мм. На вставке показано положение ГМИ-сенсора при сканировании [168].

Таким образом в [168] показано, что с помощью высокочувствительного ГМИ-магнитометра реализован дистанционный магнитный метод проведения коррозионных in-situ исследований конструкционных металлических материалов в проводящих средах. Показано, что измерения величины и пространственного распределения весьма слабых, $B_x \sim 10^{-3}$ Гс, локальных магнитных полей,

возникающих вследствие протекания коррозионных процессов, позволяют оценить величину коррозионного тока и скорость коррозии.

6.3.3 Магнитные поля ансамблей наночастиц оксида железа в образцах тонеров лазерных принтеров.

Изучение магнитных полей рассеяния ансамблей магнитных наночастиц Fe_3O_4 проводилось на образцах печатных тонеров, результаты представлены в работах [87,171]

Хорошо известно [172], что печатные тонеры в своем составе содержат до 10 % магнитных наночастиц оксида железа. После намагничивания ансамбли наночастиц могут сохранять остаточную намагниченность и порождать слабые локальные магнитные поля. Поэтому напечатанные на лазерном принтере символы могут служить хорошими тестовыми образцами для демонстрации возможностей сканирующего магнитометра. Для тестовых измерений был приготовлен образец, который представлял собой надпись «IWMW» в виде символической аббревиатуры воркшопа «IWMW-2019». Надпись была напечатана на черно-белом лазерном принтере HP 2200, высота букв составляла 10 мм. Фотография напечатанного образца приведена на вставке рисунка 6.16. Перед измерениями вся надпись была намагничена в перпендикулярном поле постоянного NdFeB магнита. На рисунке 6.16. приведено магнитное изображение образца надписи в черно-белом представлении данных магнитного поля. На магнитном изображении, вблизи буквы I, хорошо просматриваются несколько тонких полосок, которые символизируют магнитные силовые линии, окружающие букву I. Полученные данные показывают, что с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра можно измерять локальные магнитные поля образцов содержащих микрограммы магнитных наночастиц.

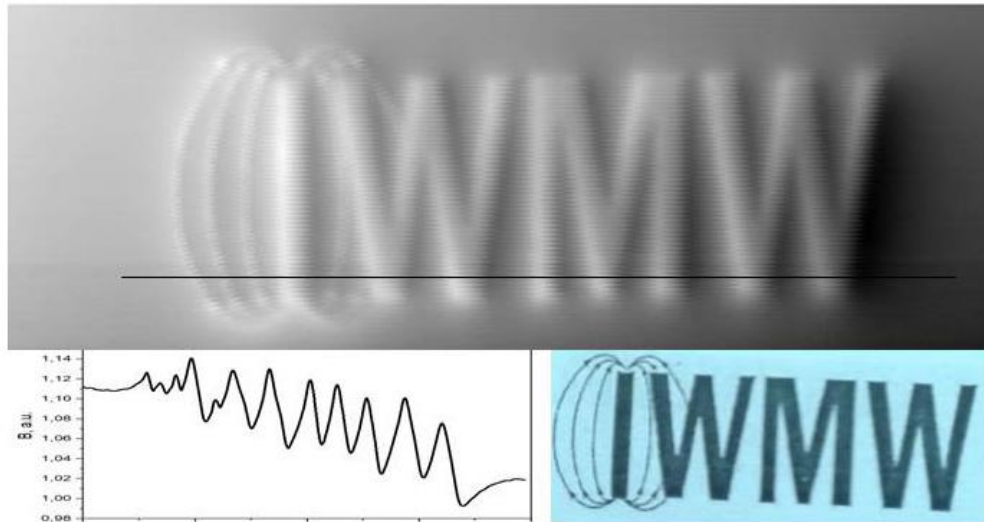


Рисунок 6.16. Магнитное изображение надписи «IWMW» напечатанной на черно-белом лазерном принтере HP 2200, высота букв составляла 10 мм. На вставке справа приведена фотография образца, а на вставке слева показан отдельный магнитный профиль, измеренный над образцов вдоль черной линии [87] .

Более детальные измерения магнитных свойств тонеров были выполнены в работе [171]. В качестве образцов содержащих магнитные наночастицы, использовались небольшие полоски, размером $1,6 \times 5$ мм, напечатанные на бумажном носителе с помощью лазерного принтера HP-2200. Для отдельного образца полоски тонера были проведены измерения его петли гистерезиса с помощью вибрационного магнитометра. Было установлено, что образец становится близок к насыщению в магнитном поле $\sim 2,5$ кЭ, а в максимальном поле 8 кЭ величина магнитного момента образца $M_s = 2,8$ мГс·см³. В области нулевых магнитных полей величина остаточного магнитного момента составила $M_s \sim 0.1$ мГс·см³, а коэрцитивная сила была равна $H_c \cong 60$ Э.

Для сравнения были проведены измерения этого же образца, предварительно намагниченного в перпендикулярном поле, с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра. На рисунке 6.17 показано 3D магнитное изображение остаточной намагниченности образца тонера. Измерение проводилось на высоте 0.1 мм (эффективная высота 1.4 мм). Оценка величины остаточного магнитного момента образца по измерениям на сканирующем ГМИ-магнитометре составила ~ 0.05 мГс·см³. Используя эти данные и значение удельной намагниченности

насыщения оксида железа, ($60 \text{ Гс} \cdot \text{см}^3/\text{г}$), была получена оценка количества магнитных наночастиц в образце $\sim 46.6 \text{ мкг}$ и средняя концентрация магнитных наночастиц на единицу площади $\sim 6 \text{ мкг}/\text{мм}^2$.

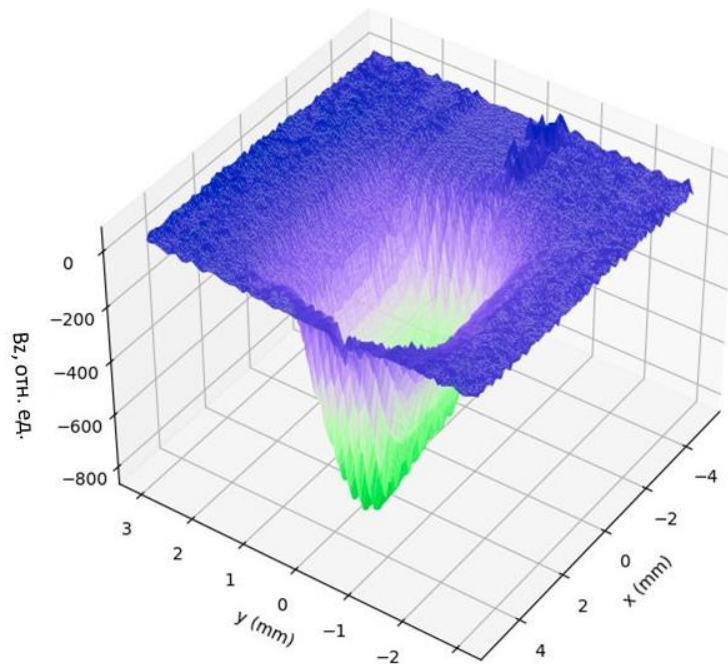


Рисунок 6.17. 3D магнитное изображение остаточной намагниченности образца тонера лазерного принтера HP 2200 размером $1.6 \times 5 \text{ мм}$ после намагничивания в перпендикулярном магнитном поле [171].

6.3.4 Магнитные поля рассеяния образцов аустенитных сталей.

Еще один класс образцов, которые исследовались с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра, это изделия из сталей аустенитного и аустенитно-ферритного класса с различного рода дефектами. Мониторинг локальных магнитных полей рассеяния дефектов проводился с целью установления взаимосвязи между магнитными характеристиками, структурно-фазовыми состояниями дефектов и эксплуатационными свойствами изделий, в частности теплообменных труб (ТОТ) парогенераторов на атомных электростанциях (АЭС). Полученные результаты представлены в отчетных материалах [91].

В настоящее время основным методом дефектоскопии металла ТОТ парогенераторов на АЭС во всем мире является вихретоковый контроль (ВТК). Проведение ВТК позволяет получить значительный объем информации и его результаты лежат в основе прогнозирования ресурса ТОТ. Чувствительным элементом здесь является миниатюрная катушка, которая измеряет переменный сигнал от индукционных токов, наводимых в исследуемом объекте.

Принципиальное отличие предлагаемого подхода от вихретокового метода заключается в том, что кроме обнаружения механических дефектов, магнитные измерения позволяют регистрировать появление магнитной мартенсит деформационной фазы в изделиях из сталей аустенитного и аустенитно-ферритного класса.

В ходе исследований измерялись образцы стальных труб диаметром 21.3 мм и пластин размером 20x80x3 мм из аустенитных нержавеющей сталей 08X18H10T и 12X18H10T с нанесенными различными искусственными дефектами (отпечатки на поверхности образца с помощью инденторов с разной силой вдавливания) на фоне присутствия и отсутствия склонности к межкристаллитной коррозии. Приготовленные образцы сталей испытывались на склонность к межкристаллитной коррозии, проводились их металлографические и магнитные исследования.

Магнитные измерения проводились с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра, в ходе которых сначала измерялись магнитные поля рассеяния вблизи поверхности образцов (на расстоянии $z \sim 1$ мм), а затем, по полученным данным, строились соответствующие магнитные изображения. Были проведены две серии измерений: в исходном состоянии образцов и после их намагничивания в продольном магнитном поле, плюс 6.3 кЭ.

На рисунке 6.18.а приведена фотография образца пластины из аустенитной нержавеющей стали 08X18H10T размером 20x80x3 мм с нанесенными на его поверхности механических дефектов от вдавливания шарика с усилием в 150 кг, 100 кг и 60 кг и вдавливания пирамидки с усилием в 10 кг и 5 кг.

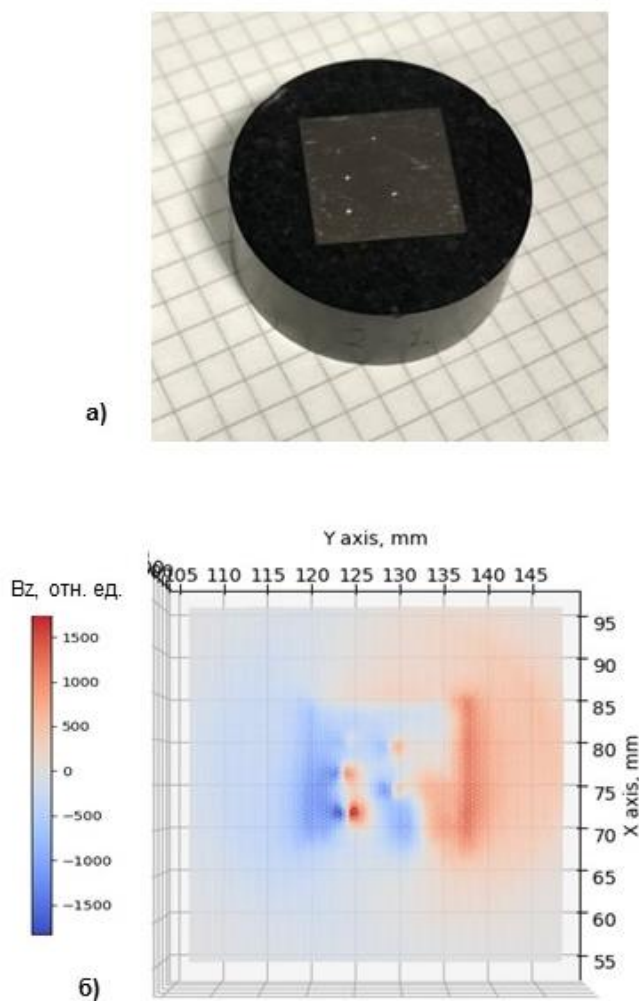


Рисунок 6.18. Образец пластины из аустенитной нержавеющей стали 08X18H10T размером 20x80x3 мм: а) фотография образца в полимерной матрице; б) магнитное изображение намагниченного образца, на котором четко видны места индентирования его поверхности шариком.

На рисунке 6.18.б. приведено магнитное изображения образца после его намагничивания в продольном поле. Как следует из представленных данных, в магнитном изображении хорошо видны магнитные сигналы от обоих типов индентеров (шарик, пирамидка), причем магнитное изображение каждого дефекта имеет четко выраженный максимум и минимум магнитного сигнала, что соответствует сигналу горизонтального магнитного диполя. Это означает, что

индентирование приводит к локальному образованию мартенсита деформации, который обладает большей намагниченностью по сравнению с аустенитной матрицей. При увеличении величины нагрузки возрастает размер отпечатка и образуется большее количество мартенсита деформации, что хорошо видно по величине магнитного сигнала (отражается в цветовом контрасте). Кроме этого, вблизи правого края образца появился положительный магнитный сигнал (красная полоса), что говорит о наличии в образце остаточной продольной намагниченности. Данный эффект связан с тем, что в образцах стали 08X18H10T, содержится остаточный δ -феррит, который намагничивается в продольном поле.

С помощью сканирующего ГМИ-магнитометра также были исследования образцы труб диаметром 21.3 мм из аустенитной нержавеющей стали 12X18H10T. На рисунке 6.19. а-г, представлены фотографии образцов исследуемой ТОТ и соответствующие магнитные изображения двух участков, на одном из которых показан участок без видимых дефектов (рисунок 6.19. а) над которым наблюдались выраженные магнитные особенности (рисунок 6.19.б), а на другом были сформированы механические дефекты (отпечатки прямоугольного индентора, рисунок 6.19. в), над которыми также наблюдались характерные магнитные особенности, рисунок 6.19. г.

Таким образом, экспериментально показано, что метод сканирующей ГМИ-магнитометрии позволяет не только детектировать слабые магнитные сигналы от малоразмерных механических дефектов на поверхности нержавеющей аустенитной стали, но и визуализировать области остаточной намагниченности, в которых предположительно устанавливать области, содержащие малые количества мартенсита деформации. Представленные результаты получены впервые и требуют подтверждения на большей выборке сталей и условий их предварительной технологической обработки.

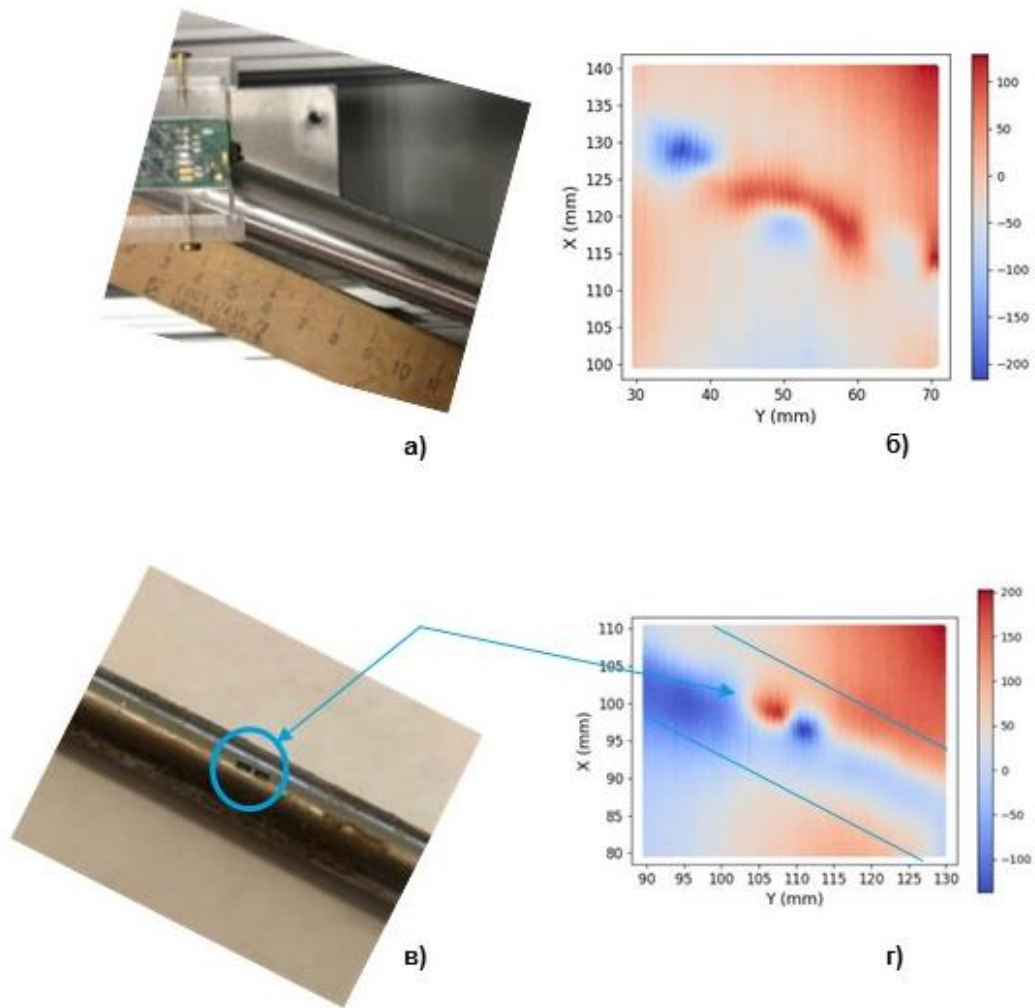


Рисунок 6.19. Образцы труб диаметром 21.3 мм из аустенитной нержавеющей стали 12X18H10T: а) фотография исследуемого участка трубы без видимого дефекта; б) магнитные особенности на участке трубы без видимых дефектов; в) фотография искусственного механического дефекта на трубе; г) магнитное изображение искусственного механического дефекта на трубе.

6.4 Выводы по главе 6

В данной главе рассчитаны диагональная и недиагональная компоненты тензора гигантского магнитоимпеданса аморфного ферромагнитного микропровода с малой геликоидальной анизотропией. Для такого микропровода показано, что уже малая геликоидальная поправка в энергии магнитной анизотропии микропровода приводит к связи продольной и циркулярной компонент намагниченности микропровода при его перемагничивании. Вследствие этой магнитомеханической связи, циркулярная компонента намагниченности микропровода меняет знак при его перемагничивании внешним магнитным полем, параллельном оси микропровода. В результате скачка циркулярной компоненты, недиагональная компонента тензора гигантского магнитоимпеданса также меняет знак при перемагничивании микропровода. Показано, что скачок циркулярной компоненты можно уничтожить, пропуская вдоль микропровода постоянный ток малой амплитуды. Указанный эффект экспериментально подтвержден для микропровода на основе кобальта, с малой отрицательной константой магнитострикцией.

На основе недиагонального ГМИ-эффекта в аморфном микропроводе со слабой геликоидальной магнитной анизотропией разработан и изготовлен высокочувствительный ГМИ-датчик. Показано, что при оптимальном выборе амплитуды высокочастотного возбуждающего тока и постоянного тока смещения удается получить передаточную характеристику датчика с хорошей линейностью и высокой крутизной преобразования. На основе ГМИ-датчика разработан опытный образец ГМИ-магнитометра. Магнитометр характеризуется малыми размерами, чувствительностью на уровне $10 \text{ пТ/Гц}^{1/2}$, на частотах выше 300 Гц, широкой полосой пропускания и высоким динамическим диапазоном, превышающим 120 дБ. Эксперименты подтвердили надежность работы магнитометра в лабораторных условиях, его высокую чувствительность и широкий динамический диапазон.

Рассмотрены характеристики ГМИ-датчика и конструкция сканирующего ГМИ-магнитометра. Показана возможность регистрации слабых магнитных полей, порождаемых коррозионными токами, образцами ансамблей магнитных наночастиц и дефектами в образцах и изделиях из аустенитных сталей.

Заключение

1. Отработаны технологические режимы литья микропроводов методом Улитовского-Тейлора и получены опытные серии покрытых стеклянной оболочкой аморфных ферромагнитных микропроводов системы $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ с различным содержанием Cr ($x = 0, 2, 4, 6$). Изготовленные серии характеризовались диаметрами металлической жилы 20 ± 5 мкм, стеклянной оболочки 25 ± 5 мкм. После литья все полученные серии находились в аморфном состоянии.

2. Установлены основные закономерности влияния легирования хромом на электрические свойства аморфных ферромагнитных микропроводов системы $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ в аморфном и кристаллизованном состояниях.

3. Разработан метод Джоулева нагрева с непрерывным контролем электрического сопротивления, позволяющий управлять структурной релаксацией и кристаллизовать аморфные ферромагнитные микропровода на основе Co.

4. Установлен определяющий вклад микролегирования хромом в терморезистивные свойства микропроводов системы $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ ($x = 0, 2, 4, 6$ ат.%), проявляющийся в аномальном характере температурной зависимости электрического сопротивления микропроводов в аморфном состоянии и в значительном изменении температурного коэффициента сопротивления микропроводов после их кристаллизации.

5. Разработана конструкция и создан прототип температурного датчика сопротивления, в котором в качестве чувствительного элемента используется кристаллизованный микропровод состава $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$.

6. Разработаны экспериментальные методы измерения свойств аморфных ферромагнитных микропроводов, включающие:

- регистрацию индукционных и квазистатических петель гистерезиса,
- кривых малоуглового вращения вектора намагниченности,

- кривых циркулярной диагональной и недиагональной компонент тензора магнитоимпеданса,
- регистрацию распределения собственных магнитных полей рассеяния во внешних магнитных полях.

7. Получены комплексные результаты экспериментальных исследований поля анизотропии, константы магнитострикции, остаточных закалочных напряжений, концевых магнитных доменов и магнитоимпедансного отклика образцов микропроводов состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$.

8. Показано, что необходимые характеристики чувствительных элементов датчиков механических напряжений и магнитоимпедансных датчиков определяются близким к нулю значением константы магнитострикции, малой величиной поля анизотропии и условиями возбуждения чувствительного элемента.

9. Показано, что в микропроводах с геликоидальной анизотропией должен наблюдаться скачок ГМИ-отклика при их перемагничивании в продольных магнитных полях. Скачок исчезает при задании через микропровод дополнительного небольшого тока смещения ~ 1 мА.

10. Разработана конструкция и созданы прототипы стресс-чувствительных датчиков в которых, в качестве чувствительного элемента, используются микропровода состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ с низкой, менее -5×10^{-7} константой магнитострикции.

11. Разработана конструкция и созданы прототипы недиагональных ГМИ-датчиков, в которых в качестве чувствительного элемента, используются микропровода состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ с полем анизотропии $H_a < 1$ Э, коэрцитивной силой $H_c < 0.05$ Э, циркулярным диагональным ГМИ-откликом > 300 % и крутизной преобразования 0.1 В/Э.

12. Разработан метод сканирующей ГМИ-магнитометрии для изучения локальных магнитных полей рассеяния слабомагнитных объектов; продемонстрирована возможность измерений магнитных полей, порождаемых

коррозионными токами, образцами ансамблей магнитных наночастиц и дефектами в образцах аустенитных сталей.

Список использованной литературы

1. D. C. Jiles, Recent advances and future directions in magnetic materials, *Acta Mater.* **51**, 5907 – 5939, (2003).
2. M. Knobel, M. Vazquez, and L. Kraus, The effect of surface crystalline layers on asymmetric off diagonal magnetoimpedance in field annealed CoFeSiB amorphous ribbons, *Handbook of Magnetic Materials*, vol 15 (Amsterdam: Elsevier 2003, p. 497).
3. M.-H. Phan, and H.-X. Peng, Giant magnetoimpedance, materials: Fundamentals and applications, *Prog. Mater. Sci.* **53**, 323 (2008).
4. N.A. Usov, A. Zhukov, and J. Gonzalez, Domain walls and remagnetization process in soft *magnetic* nanowires and nanotubes, *J. Magn. Magn. Mater.* **316**, 255-261 (2007).
5. V. S. Larin, A. V. Torcunov, A. P. Zhukov, J. Gonzalez, M. Vazquez, and L. V. Panina, Preparation and properties of glass-coated microwires, *J. Magn. Magn. Mater.* **249**, 39 (2002).
6. Научный отчет о выполнении 1 этапа научного исследования на тему «Разработка и применение аморфных ферромагнитных микропроводов для создания новых сенсоров, композиционных материалов и устройств на их основе» (грант № К2-2015-18) Программы повышения конкурентоспособности НИТУ «МИСиС» среди ведущих мировых научно-образовательных центров в рамках Соглашения № 02.А03.21.004 между Министерством образования и науки Российской Федерации и федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» от «27» августа 2013 г. со-руководитель Гудошников С.А.
7. J. Velazquez, M. Vazquez, and A. P. Zhukov, Magnetoelastic anisotropy distribution in glasscoated microwires, *J. Mater. Res.* **11**, No10, 2499 (1996).

8. A.S. Antonov, V.T. Borisov, O.V. Borisov, A.F. Prokoshin, and N.A. Usov, Residual quenching stresses in glass-coated amorphous ferromagnetic wires. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **33**, 1161 (2000).
9. L. V. Panina and K. Mohri, Magneto-impedance effect in amorphous wires *Appl. Phys. Lett.* **65**, Issue 9, 1189 (1994).
10. R. S. Beach and A. E. Berkowitz, Giant magnetic field dependent impedance of amorphous FeCoSiB wire Available to Purchase, *Appl. Phys. Lett.* **64**, 3652 (1994). Issue 26
11. L.V. Panina, K. Mohri, T. Uchiyama, M. Noda, and K. Bushida, Giant magneto-impedance in Co-rich amorphous wires and films, *IEEE Trans. Magn.* **31**, 1249 (1995).
12. A. Yelon, D. Ménard, M. Britel, and P. Ciureanu, Calculations of giant magnetoimpedance and of ferromagnetic resonance response are rigorously equivalent, *Appl. Phys. Lett.* **69**, 3084 (1996).
13. A. Antonov, A. Dykhne, A. Lagar'kov, N. Perov, N. Usov, and T. Furmonova, The features of GMI effect in amorphous wires at microwaves, *Physica A* **241**, 420 (1997).
14. N.A. Usov, A.S. Antonov, and A.N. Lagar'kov. Theory of giant magneto-impedance effect in amorphous wires with different types of magnetic anisotropy. *J. Magn. Magn. Mater.* **185**, 159 – 173, (1998).
15. L. Kraus, Theory of giant magneto-impedance in the planar conductor with uniaxial magnetic anisotropy, *J. Magn. Magn. Mater.* **195**, 764 (1999).
16. D. Ménard and A. Yelon, Theory of longitudinal magnetoimpedance in wires, *J. Appl. Phys.* **88**, 379 (2000)
17. M. Vazquez, Giant magneto-impedance in soft magnetic wires, *J. Magn. Magn. Mater.*, **226**, 693 (2001).
18. D. P. Makhnovskiy, L. V. Panina, and D. J. Mapps, Field-dependent surface impedance tensor in amorphous wires with two types of magnetic anisotropy: Helical and circumferential, *Phys. Rev. B* **63**, 144424 (2001).

19. V. Zhukova, A. Chizhik, A. Zhukov, A. Torcunov, V. Larin, and J. Gonzalez, Optimization of Giant Magnetoimpedance in Co-Rich Amorphous Microwires, *IEEE Trans. MAG.* **38**, 3090 (2002).
20. S. Sandacci, D. Makhnovskiy, L. Panina, K. Mohri, and Y. Honkura, Off-Diagonal Impedance in Amorphous Wires and Its Application to Linear Magnetic Sensors, *IEEE Trans. MAG.* **40**, 3505 (2004).
21. P. Ciureanu, L. G. C. Melo, D. Seddaoui, D. Ménard, and A. Yelon Physical models of magnetoimpedance *J. Appl. Phys.* **102**, 073908 (2007).
22. V. Zhukova, M. Ipatov, J. Gonzalez, J. M. Blanco, and A. Zhukov, Studies of magnetic properties and giant magnetoimpedance effect in ultrathin magnetically soft amorphous microwires, *J. Appl. Phys.* **103**, 07E714 (2008).
23. M. Ipatov, V. Zhukova, A. Zhukov, J. Gonzalez, and A. Zvezdin, Low-field hysteresis in the magnetoimpedance of amorphous microwires, *Phys. Rev. B* **81**, 134421 (2010).
24. M. Ipatov, V. Zhukova, A. Zhukov, and J. Gonzalez, Magnetoimpedance sensitive to dc bias current in amorphous microwires, *Appl. Phys. Lett.* **97**, 252507 (2010).
25. M. Ipatov, A. Chizhik, V. Zhukova, J. Gonzalez, and A. Zhukov, Correlation of surface domain structure and magneto-impedance in amorphous microwires, *J. Appl. Phys.* **109**, 113924 (2011)
26. K. Mohri and Y. Honkura, Amorphous wire and CMOS IC based magneto-impedance sensors—Origin, topics, and future, *Sens. Lett.* **5**, 267 – 270, (2007). № 1.
27. V. Zhukova, M. Ipatov, and A. Zhukov, Thin magnetically soft wires for magnetic microsensors, *Sensors* **9**, 9216 (2009)
28. Патент № 130409 ПМ РФ, **Гудошников С.А.**, Козлов А.Н., Усов Н.А., Магнитометр на эффекте гигантского магнитного импеданса, дата приоритета 12.02.2013, опубликовано 20.07.2013, бюл. №20.

29. Usov N.A., Gudoshnikov S.A. Giant Magneto-Impedance Effect in Amorphous Ferromagnetic Microwire with a Weak Helical Anisotropy / Chapter 4 in Springer Ser. Materials, v. 252, «High performance soft magnetic materials», Ed. A.P. Zhukov, 2017
30. N.A. Usov, **S.A. Gudoshnikov**, Giant magneto-impedance effect in amorphous ferromagnetic wire with a weak helical anisotropy: theory and experiment. J. Appl. Phys. **113**, 243902 (2013).
31. Новиков Н.М., Петренко А.В. Литейная форма- жидкий расплав. // Изобретатель и рационализатор.-1961.-№2.- С.27-31.
32. Остроумов Б.А. Микрометаллургия и микротехнология.- ЦБТИ Ленинградского СНХ. -1959.
33. Шпирнов В.А. Тонкие нити.- М.: Московский рабочий. -1980.
34. Heiden C and Rogalla H. Barkhausen jump field distribution of iron whiskers // J. Magn.Magn. Mater. -1982. - Vol.26. - P.275-277.
35. H. Chiriac, T.A. Ovari, Gh. Pop, F. Barariu. Amorphous glass-covered magnetic wires for sensing applications. Sensors and Actuators. **A59** (1997) pp. 243-251.
36. M. Vazquez, A. Zhukov, P. Aragonese, J. Arcas, J.M. Garcia-Beneytez, P. Marin, A. Hernando. Magneto-impedance in glass-coated CoMnSiB amorphous wire. IEEE Trans. Magn. **34** (1998) pp. 724-728.
37. **S.A. Gudoshnikov**, B.Ya. Ljubimov, P.S. Palvanov, Yu.V. Prokhorova, V.S. Skomarovski, N.A. Usov, A.V. Torcunov. Influence of applied tensile stress on the magnetic behaviour of Co-rich amorphous microwires. Phys. status solidi. 2009, A206, N.4, p. 625-629.
38. Varga R., Garcia K.L., Vazquez M., Zhukov A., Vojtanik P. Switching field distribution in amorphous magnetic bistable microwires // Phys. Rev. B. -2004. - Vol.70. — P.024402-1.
39. Gudoshnikov S.A., Grebenshchikov Yu.B., Ljubimov B.Ya., Palvanov P.S., Usov N.A., Zhukov A., Ipatov M., Gonzalez J., Ground state magnetization

- distribution and characteristic width of head to head domain wall in fe-rich amorphous microwire / *Physica Status Solidi. A: Applications and Materials Science*, 2009, T. 206 (4), 613-617
40. Патент № 84587 ПМ РФ, Гудошников С.А., Любимов Б.Я., Пальванов П.С., Усов Н.А., Устройство для измерения характеристик аморфных ферромагнитных проводов, дата приоритета 10.12.2008, опубликовано 10.07.2009, Бюл. №19
 41. Патент № 68713 ПМ РФ, Гудошников С.А., Любимов Б.Я., Усов Н.А., Жуков А.П., Ипатов М.П., Гонзалес Х.М.Э., Устройство для измерения характеристик АФМ, дата приоритета 06.07.2007, опубликовано 27.11.2007, бюл. №33
 42. Gudoshnikov S., Usov N., Zhukov A., Zhukova V., Palvanov P., Ljubimov B., Serebryakova O., Gorbunov S. Evaluation of use of magnetically bistable microwires for magnetic labels / *Phys. status solidi A*, 2011, 208(3), 526-529
 43. **S.A. Gudoshnikov**, B.Ya. Ljubimov, P.S. Palvanov, Yu.V. Prokhorova, N.A. Usov, A.V. Torcunov. Possible origin of hysteresis loops with finite remanence for Co-rich amorphous microwires. Book of abstracts of the 5th International Workshop on Magnetic Wires (IWMW-2008), Zumaia, Spain, (9 - 10 May 2008).
 44. **Gudoshnikov S.**, Ignatov A., Tarasov V., Gorbunov S. , Molokanov V., Chueva T., Usov N., “Magnetoelastic properties of Co-based amorphous ferromagnetic microwires”, *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*, v.213, issue: 2, p.368-371, 2016
 45. **S. Gudoshnikov**, M. Churyukanova, S. Kaloshkin, A. Zhukov, V. Zhukova, and N.A. Usov. Investigation of the properties of Co-rich amorphous ferromagnetic microwires by means of small angle magnetization rotation method *J. Magn. Magn. Mater.* 387, 53 -57 (2015).
 46. D. F. He and M Shiwa, A Magnetic Sensor with Amorphous Wire, *Sensors* 14 (6), 10644-10649 (2014).

47. F.C. Wellstood et al., Magnetic microscopy using SQUIDs, IEEE Trans. Appl. Supercond. 7, (2)(1997) 3134.
48. **Гудошников С.А.**, Матвеец Л.В., Магулин В.А., Снигирев О.В., Тишин А.М. Сканирующая магнитометрия высокого разрешения на основе сверхпроводящего квантового интерферометра Радиотехника и электроника. 2001. Т. 46. № 7. С. 793-805
49. **Gudoshnikov S.A.**, Liubimov B.Ya., Matveets L.V., Snigirev O.V., Maresov A.G., Prokoshin A.F., Borisov V.T., Usov N.A. Study of amorphous ferromagnetic microwires using a scanning SQUID microscope. Physica C: Superconductivity and its Applications. 2002. Т. 372-376. № 1. С. 271-273.
50. **Gudoshnikov S.**, Usov N., Zhukov A., Gonzalez J., Palvanov P. Measurements of stray magnetic fields of amorphous microwires using scanning microscope based on superconducting quantum interference device. J. Magn. Mater. 316 (2007) pp. 188-191.
51. **Gudoshnikov S.A.**, Deryuzhkina Y.V., Rudenchik P.E., Sitnov Y.S., Bondarenko S.I., Shablo A.A., Pavlov P.P., Kalabukhov A.S., Snigirev O.V., Seidel P. Magnetic flux guide for high-resolution SQUID microscope. IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2001. Т. 11. № 1 I. С. 219-222.
52. **Gudoshnikov S.A.**, Liubimov B.Ya., Matveets L.V., Mikhailenko A.P., Deryuzhkina Yu.V., Sitnov Yu.S., Snigirev O.V. Flux guide for high- T_c SQUID microscope with high spatial resolution, Physica C: Superconductivity and its Applications. 2002. Т. 368. № 1-4. С. 66-69.
53. **Gudoshnikov S.A.**, Liubimov B.Ya., Deryuzhkina Yu.V., Matveets L.V., Snigirev O.V., Kalabukhov A.S., Ranchinski M.L., Schmidl F., Seidel P. HTS scanning SQUID microscope with high spatial resolution for room temperature samples. Physica C: Superconductivity and its Applications. 2002. Т. 372-376. № 1. С. 166-169.

54. A. Chizhik, J. Yamasaki, A. Zhukov, J. Gonzalez, J.M. Blanco, Magnetization reversal and magnetic domain structure in glass-covered Co-rich microwires in presence of tensile stress, *J. Magn. Magn. Mater.* 272-276 (2004) e499.
55. A. Chizhik, J. Gonzalez, J. Yamasaki, A. Zhukov, J.M. Blanco, Vortex-type domain structure in Co-rich amorphous wires, *J. Appl. Phys.* 95-(5) (2004) 2933-2935.
56. P. Pitzius, V. Dworak, U. Hartmann, Flux guide for high-T_c SQUID microscope with high spatial resolution, (Магнитный поток-провод для высокотемпературного СКВИД-микроскопа с высоким пространственным разрешением). Extended Abstract of the 6th Int. Supercond. Electr. Conf., ISEC'97, Berlin, Germany, 1997, p. 395.
57. Y. Tavrín, M. Seigel, New type of HTS SQUID microscope without shielding., *Proc. EUCAS'97 Inst. Phys. Conf. Ser. No. 158* (1997) 719
58. T. Nagaishi, K. Minamimura, H. Itozaki, HTS SQUID microscope head with sharp permalloy rod for high spatial resolution, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 11(1) (2001) 226-229
59. **S.A. Gudoshnikov**, Y.V. Deruzhkina, et al., Magnetic flux guide for high-resolution SQUID microscope, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 11(1), (2001) 219-222
60. Жуков А.П. Магнитные свойства микропроводов с аморфной, нанокристаллической и гранулярной структурой, Дисс. докт. физ.-мат. наук. / спец. 01.04.11 / Жуков Аркадий Павлович – Москва, – 2010. – 319 с.
61. Luborsky F.E. Amorphous Metallic Alloys // in *Amorphous Metallic Alloys* / Ed. By Luborsky F. (Butterworth & CoPublishers Ltd.). - 1983.
62. O'Handley R. C, Hasegawa R., Ray R. and Chou C.-P. Ferromagnetic properties of some new metallic glasses // *Appl. Phys. Lett.* - 1976. - Vol.29. - P.330.

63. Zhukov A., Ipatov M., Zhukova V., Garcia C, Gonzalez J., and Blanco J. M. Development of ultra-thin glass-coated amorphous microwires for HF magnetic sensor applications // Phys. Stat. Sol. (a). - 2008. - Vol. 205 No 6. - P. 1367-1372.
64. Умнов П.П., Молоканов В.В., Шалимов Ю.С., Умнова Н.В., Чуева Т.Р., Заболотный В.Т. Особенности получения аморфного провода методом Улитовского-Тейлора с использованием варианта непрерывного процесса литья. Перспективные материалы, 2 (2010) 87.
65. Отчет о научно-исследовательской работе по теме: Инжиниринг структурных и электромагнитных свойств аморфных ферромагнитных свойств микропроводов на основе кобальта (промежуточный, этап № 1). Проект РФФИ № 20-19-00607. Руководитель проекта: Гудошников С.А.
66. S. Foner, Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer, Rev. Sci. Instrum., V.30, 1959, p.548
67. **Гудошников С.А.**, Козлов А.Н., Скомаровский В.С. «Вибрационный магнитометр». Патент РФ № 2279689, Опубликовано: 10.07.2006. Бюл. № 19 2006 г.
68. **S. A. Gudoshnikov**, S. N. Venediktov, S. A. Gorbunov, A. N. Kozlov, Yu. V. Prokhorova, O. N. Serebryakova, Yu. S. Sitnov, and V. S. Skomarovskii, An automated compact vibromagnetometer for investigating soft magnetic materials, Measurement Techniques, Vol. 53, No. 1, 2010, стр 88-92.
69. **С. А. Гудошников**, С. Н. Венедиктов, С. А. Горбунов, А. Н. Козлов, Ю. В. Прохорова, О. Н. Серебрякова, Ю. С. Ситнов, В. С. Скомаровский, Автоматизированный вибромагнитометр, Приборы и техника эксперимента, 2010, № 1, с. 178–179.
70. **Гудошников С.А.**, Игнатов А.С., Попова А.В., Тарасов В.П., Усов Н.А., Способ измерения характеристик аморфных ферромагнитных микропроводов/ Патент № 2632996 РФ, опубл. 11.10.2017. Бюл. №22.

71. T. Sánchez, P. Alvarez, J. Olivera, M.J. Pérez, F.J. Belzunce, J.D. Santos, J.L. Sánchez, M.L. Sánchez, P. Gorria, B. Hernando. Torsion annealing influence on the impedance behaviour in amorphous FeSiB and CoSiB wires//J. Non-Crystalline Solids, 2007, v.353, No 8-10, p.914-918.
72. M. Ipatov, V. Zhukova, J. Gonzalez, A. Zhukov. Manipulating the magnetoimpedance by dc bias current in amorphous microwire// J. Magn. Mater, 2012, v. 324, No 1-2, p. 4078-4083.
73. Юданов Н.А., Разработка методов управления свойствами аморфных микропроводов и технологий изготовления высокочувствительных датчиков магнитного поля, Дисс канд. Техн. Наук / 05.27.06/ , Юданов Николай Анатольевич. Москва, - 2016. – 162 с.
74. **Gudoshnikov S.**, Ignatov A., Tarasov V., Gorbunov S. , Molokanov V., Chueva T., Usov N., “Magnetoelastic properties of CO based amorphous ferromagnetic microwires”, Book of abstracts of the 7th International Workshop on Magnetic Wires (IWMW-2015), Ordizia, Spain 2-3 July 2015.
75. **Gudoshnikov S.**, Usov N., Nozdrin A., Ipatov M., Zhukov A., Zhukova V., “Highly sensitive magnetometer based on the off-diagonal GMI effect in Co-rich glass-coated microwire”, Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science, v.211, issue:5, p.980-985, 2014.
76. В.И. Одинцов, А.Э. Саракуева, А.С. Амиантов, В.Г. Петров, **С.А. Гудошников**, «Установка для отжига аморфных ферромагнитных микропроводов» Патент № 2860726 РФ, опубл. 13.02.2026. Бюл. № 5.
77. Popova A.V., Odintsov V.I., Menshov S.A., Kostitsyna E.V. , Tarasov V.P. , Zhukova V., Zhukov A., **Gudoshnikov S.A.**, “Continuous control of a resistance in Co-rich amorphous ferromagnetic microwires during DC Joule heating”, Intermetallics, v.99, p.39-43, 2018.
78. Одинцов В.И., **Гудошников С.А.**, Любимов Б.Я., Меньшов С.А., Способ определения температуры аморфных ферромагнитных микропроводов

- при токовом нагреве, Патент № 2 696 826 РФ, опубл. 06.08.2019. Бюл. № 22.
79. **S.A. Gudoshnikov**, V.I. Odintsov, B.Ya. Liubimov, S.A. Menshov, M.N. Churukanova, S.D. Kaloshkin, G.N. Elmanov, «Method for evaluating the temperature of amorphous ferromagnetic microwires under Joule heating», Measurement, V.182 P. 109783.2021.
80. Отчет о научно-исследовательской работе по теме: Инжиниринг структурных и электромагнитных свойств аморфных ферромагнитных свойств микропроводов на основе кобальта (промежуточный, этап № 1). Проект РНФ № 20-19-00607. Руководитель проекта: **Гудошников С.А**
81. Elmanov G.N., Kozlov I.V., Irmagambetova S.M., Prikhodko K.E., Svetogorov R.D., Chernavskii P.A., Lukyanchuk A.A., Shutov A.M., Raznitsyn O.A., Tarasov V.P., Gudoshnikov S.A. Advanced structure research methods of amorphous $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ microwires with giant magnetoimpedance effect: Part 1 –Crystallization kinetics and crystal growth // Journal of Alloys and Compounds. – 2021. – Vol. 872, № 159710.
82. Свидетельство о регистрации ноу-хау № 07-366-2024 ОИС. Устройство, обеспечивающее подвод к микропроводу электрического тока и включающее функцию преднатяжителя, И.В. Козлов, С.А. Гудошников; правообладатель НИТУ МИСИС. – Зарег. 05.09.2024.
83. НОУ-ХАУ, № 08-366-202, Козлов И.В., **Гудошников С.А.**, Елманов Г.Н., Способ термической обработки аморфных сплавов и микропроводов системы Co-Fe-Cr-Si-B, дата приоритета 27.08.2024, зарегистрировано в Депозитарии ноу-хау НИТУ МИСИС ОИС от 5 сентября 2024 г
84. Svetogorov R.D., Dorovatovskii P.V., Lazarenko V.A. Belok / XSA diffraction beamline for studying crystalline samples at Kurchatov Synchrotron Radiation Source // Crystal Research and Technologies. – 2020. – Vol. 55, № 1900184.

85. Гудошников С.А., Матвеец Л.В., Магулин В.А., Снигирев О.В., Тишин А.М. Сканирующая магнитометрия высокого разрешения на основе сверхпроводящего квантового интерферометра Радиотехника и электроника. 2001. Т. 46. № 7. С. 793-805
86. **Gudoshnikov S.A.**, Matveets L.V. «HTS Applications: Progress in SQUID Microscopy and High Resolution Non-Destructive Evaluation» in monograph «High Temperature Superconductivity 2» edited by «Springer», Germany, pp 337-361, 2004.
87. **S. Gudoshnikov**, V. Tarasov, B. Liubimov, V. Odintsov, S. Venediktov, A. Nozdrin, Scanning magnetic microscope based on magnetoimpedance sensor for measuring of local magnetic fields // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2020. Vol. 510. P. 166938.
88. Sandacci S. et al. Off-diagonal impedance in amorphous wires and its application to linear magnetic sensors //IEEE Transactions on Magnetics. – 2004. – Т. 40. – №. 6. – С. 3505-3511.
89. Данилов Г. Е. Разработка методов и средств сканирующей ГМИ-магнитометрии для исследования локальных магнитных свойств материалов и изделий : Дисс. канд. физ.-мат. наук : спец. 1.3.8 / Данилов Георгий Егорович – Москва, 2024, 96 с.
90. Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ № 2023682992, «Программный комплекс для анализа магнитных полей рассеяния слабомагнитных объектов «H2omega/ Гудошников С. А., Данилов Г.Е., Одинцов В.И., Гребенщиков Ю.Б.// заявитель и патентообладатель ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС . – №2023682992. Заявл. 18.10.2023, Опубл. 01.11.202
91. Научный отчет о выполнении Стратегического проекта № СП1 «Высококочувствительная сканирующая ГМИ магнитометрия для неразрушающего контроля структурных и коррозионных дефектов на

- примере изделий из нержавеющей сталей объектов атомной энергетики» по теме НИР № В 523015, в рамках реализации программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030» и мероприятий направленных на проведение прорывных научных исследований и создание наукоемкой продукции и технологий, наращивание кадрового потенциала сектора исследований и разработок. Руководитель Гудосников С.А.
92. Elmanov G.N., Kozlov I.V., Kutuzov L.V., Mashera V.S., Sarakueva A.E., Churyukanova M.N., Odintsov V.I., **Gudoshnikov S.A.** Nature of anomalous electrical resistance in $\text{Co}_{73}\text{-xFe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ amorphous microwires // *Intermetallics*. – 2024. – Vol. 165, № 108151.
 93. **S.A. Gudoshnikov**, V.I. Odintsov, A.V. Popova, S.A. Menshov, B.Ya. Liubimov, Yu.B. Grebenshchikov, V.S. Mashera, V.P. Tarasov, Influence of Joule heating on electrical resistivity in Co-rich amorphous microwires, *Mater. Sci. Eng. B* 271 (2021) 115310.
 94. Kekalo I.B., Mogil'nikov P.S. Effect of bending stresses on the high-frequency magnetic properties and their time stability in a cobalt-based amorphous alloy with an extremely low magnetostriction // *Technical Physics*. – 2015. – Vol. 60, – P. 1815–1822.
 95. H.S. Chen, A. Inoue, T. Masumoto, Two-stage enthalpy relaxation behaviour of $(\text{Fe}_{0.5}\text{Ni}_{0.5})_{83}\text{P}_{17}$ and $(\text{Fe}_{0.5}\text{Ni}_{0.5})_{83}\text{B}_{17}$ amorphous alloys upon annealing, *J. Mater. Sci.* 20(7) (1985) 2417–2438.
 96. Кекало И.Б., Лубяный Л.З., Могильников П.С., Чичибаба И.А. Процессы структурной релаксации в аморфном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3.7}\text{Cr}_{3.8}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{11}$ с близкой к нулю магнитострикцией и их влияние на магнитные свойства и характеристики магнитных шумов, обусловленных скачками Баркгаузена // *Физика металлов и металловедение*. – 2015. – Т. 116, № 7.
 97. K. Suzuki, H. Fujimori and K. Hashimoto, *Amorphous Metals*, Butterworths, London, UK 1983; *Metallurgiya*, Moscow, USSR 1987

98. N.G. Babich, N.I. Zakharenko, G.V. Eremenko, and M.P. Semen'ko, On the Nature of Anomalies of the Electrical Resistivity of Low-Alloyed CoSiB Amorphous Alloys, *Phys. Met. Metallogr.* 102(3) (2006) 253–258.
99. A.V. Butenko, D.N. Bol'shutkin and V.I. Pecherskaya, Electrical resistivity of Ni-Cr-Fe alloys: role of quantum interference effects and of the magnetic state, *Sov. Phys. JETP* 71(5) (1990) 1752–1761
100. G. Thummes, J. Kötzler, R. Ranganathan and R. Krishnan, Electron-Electron Interaction and Magnon Scattering in the d-Electron Dominated Resistivity of Ni_{80-x} Fe_xSi₈B₁₂ Glasses, *Z. Phys. B – Cond. Matt.* 69 (1988) 489–499
101. J.H. Mooij, Electrical conduction in concentrated disordered transition metal alloys, *Phys. Stat. Solidi a* 17(2) (1973) 521–530.
102. A.V. Popova, V.I. Odintsov, I.V. Kozlov, G.N. Elmanov, E.V. Kostitsyna, E.S. Gorelikov and **S.A. Gudoshnikov**, Influence of technological parameters on magnetic properties of Co-rich amorphous ferromagnetic microwires, *Knowledge E Materials Science*, , Volume 2018 (2018) 323-331.
103. Gudoshnikov S., Grebenshchikov Yu., Popova A., Tarasov V., Gorelikov E., Liubimov B. Angle Magnetization Rotation Method for Characterizing Co-Rich Amorphous Ferromagnetic Microwires / *Actuators*, 2021, 10(5), 93
104. C.F. Catalan, V.M. Prida, J. Alonso, M. Vazquez, A. Zhukov, B. Hernando, J. Velázquez, Rapidly quenched & metastable materials, *Mater. Sci. Eng. A Suppl.* (1997) 438.
105. H. Chiriac, T.A. Ovari, Gh. Pop, F. Barariu, Effect of glass removal on the magnetic behavior of FeSiB glass-covered wires, *IEEE Trans. Magn.* 33 (5) (1997) 782
106. A. Zhukov, J. Gonzalez, J.M. Blanco, M.J. Prieto, E. Pina, M. Vazquez, Nanocrystalline and amorphous magnetic microwires, *J. Appl. Phys.* 87 (2000) 1402

107. M.J. Garcia Prieto, E. Pina, A.P. Zhukov, V. Larin, P. Marin, M. Vazquez, A. Hernando, Glass coated Co-rich Amorphous Microwires with Improved Permeability // *Sensors & Actuators A*. -2000. – Vol.81/1-3. – P.227-231
108. S. Corodeanu, T.-A. Ovari, H. Chiriac, Effect of in situ glass removal on the magnetic switching in amorphous microwires, *IEEE Trans. Magn.* 50 (2014) 2007204.
109. V. Zhukova, Novel functional magnetic materials, fundamentals and applications, in: A. Zhukov (Ed.), *Springer Series in Materials Science*, vol. 231, Springer International Publishing, 2016, 26106-5
110. V.A.Bautin, E.V.Kostitsyna, A.V.Popova, **S.A.Gudoshnikov**, A.S.Ignatov, N.A.Usov, “Glass shell etching to control residual quenching stress in Co-rich amorphous ferromagnetic microwires”, *Journal of Alloys and Compounds*, v.731, p.18-23, 2018
111. V.A. Bautin, N.S. Kholodkov, A.V. Popova, **S.A. Gudoshnikov**, and N.A. Usov, Co-rich amorphous microwires with improved giant magnetoimpedance characteristics due to glass coating etching, *JOM*, Vol. 71, No. 9, 2019
112. Kozlov I., Elmanov G., Irmagambetova S., Prikhodko K., Svetogorov R., Odintsov V., Petrov V., Popova A., Gudoshnikov S. Advanced structure research methods... Part 2 – Microstructural evolution and electrical resistivity change during DC Joule heating / *JALCOM*, 2022, 918, 165707.
113. **S.A. Gudoshnikov**, V.P. Tarasov, V.I. Odintsov, B.Y. Liubimov, S.A. Menshov, A. V. Popova, Correlation of electrical and magnetic properties of co-rich amorphous ferromagnetic microwires after dc joule heating treatment, *J. Alloy. Compd.* 845 (2020) 156220
114. Churyukanova M., Semenkova V., Kaloshkin S., Shuvaeva E., **Gudoshnikov, S.**, Zhukova V., Shchetinin I., Zhukov A., “Magnetostriction investigation of soft magnetic microwires”, *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*, v.213, issue: 2, p.363-367, 2016

115. Zhukov A; Churyukanova M; Kaloshkin S; Sudarchikova V; **Gudoshnikov S**; Ipatov M; Talaat A; Blanco JM; Zhukova V, "Magnetostriction of Co-Fe-Based Amorphous Soft Magnetic Microwires", Journal of Electronic Materials, Vol. 45, № 1, pp.226-234
116. Yu Grebenshchikov, G. Danilov, A. Popova, **S. Gudoshnikov**, Measurements of stray magnetic fields of Co-rich amorphous microwires using a scanning GMI magnetometer, J. Magn. Magn. Mater. V. 626 (15) (2025) 173078
117. N.A. Usov, **S.A. Gudoshnikov**, Circular magnetization process in amorphous microwire with negative magnetostriction, J. Phys. D: Appl. Phys., 49 (2016) 165002.
118. G. Danilov, Yu Grebenshchikov, V. Odintsov, M. Churyukanova, **S. Gudoshnikov**, Measurements of stray magnetic fields of Fe-rich amorphous microwires using a scanning GMI magnetometer, Metals 13 (2023) 800
119. Патент № 2814644 РФ. Гудошников С. А., Данилов Г.Е., Одинцов В.И., Гребенщиков Ю.Б., Способ определения петель гистерезиса аморфных ферромагнитных микропроводов на основе железа, дата приоритета 18.10.2023, опубликовано 04.03.2024, бюл. № 7
120. Yury Grebenshchikov, **Sergey Gudoshnikov**, Closure domain wall behavior in amorphous ferromagnetic microwires of external magnetic field, J. Alloy. Compd. 1071 (2026) 188813.
121. Elmanov G.N., Chernavskii P.A., Kozlov I.V., Dzhumaev P.S., Kostitsyna E.V., Tarasov V.P., Ignatov A.S., Gudoshnikov S.A. Effect of heat treatment on phase transformations and magnetization of amorphous $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ microwires / JALCOM, 2018, 741, 648-655
122. Elmanov G. N., Kozlov I. V., Sarakueva A. E., Churyukanova M. N., Odintsov V. I., **Gudoshnikov S. A.** The influence of chromium on the changes in phase constitution and electrical properties of amorphous

- $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ microwires during crystallization // Intermetallics. – 2025. – Vol. 176. – Art. 108848
123. Rho I. C., Yoon C. S., Kim C. K., Byun T. Y., Hong K. S. Crystallization of amorphous alloy $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{13}\text{B}_{11}$ // Materials Science and Engineering A. – 2002. – Vol. 96, № 1. – P. 48–52.
124. Jamili-Shirvan, M. Haddad-Sabzevar, Nanocrystallization in $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{Si}_8\text{B}_{14}$ Amorphous Alloy Ribbons, JUFNSM 46 (2013) 55–59.
125. Okamoto H. Desk Handbook: Phase Diagrams for Binary Alloys. – 2nd ed. – Materials Park : ASM International, 2010. – 900 p.
126. Qu Y., Bai J., Liao L., Cheng R., Lin Y.-C., Huang Y., Guod T., Duan X. Synthesis and electric properties of dicobalt silicide nanobelts // Chemical Communications. – 2011. – Vol. 47, № 4. – P. 1255–1257
127. Jin Ge, Wu Wei, Li Shanling, Chen Lu, Shi Junqin, He Yixuan, Fan Xiaoli. Mechanical, thermal and electronic properties of Co_xB_y alloys: a first-principles study // Journal of Materials Engineering. – 2024. – Vol. 52, № 4. – P. 192–199.
128. Sarakueva A.E., Danilov G.E., Grebenshchikov Yu.B., Odintsov V.I., Popova A.V., Gudoshnikov S.A. Magnetic Properties of $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ Ferromagnetic Microwires in Amorphous and Crystalline State / Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics, 2025, 88(1), S64–S69
129. Патент № 2860858 РФ В.И. Одинцов, С.А. Гудошников, А.Э. Саракуева, С.Н. Венедиктов, Температурный датчик сопротивления, дата приоритета 05.08.2025, опубликовано 23.04.2026, бюл. №12
130. Odintsov V.I., Kozlov I.V., Elmanov G.N., Sarakueva A.E., Tarasov V.P., Gudoshnikov S.A. Temperature compensation method of magnetoimpedance sensor based on polynomial fitting / JMMM, 2026, 655, 174341
131. LM235 Precision Temperature Sensor : [datasheet] / Texas Instruments. – URL: <https://www.ti.com/lit/ds/symlink/lm235.pdf> (дата обращения: 13.02.2026)

132. Churyukanova M., Stepashkin A., Sarakueva A., Mashera V., Grebenshchikov Y., Odintsov V., Petrov V., Gudoshnikov S. Application of Ferromagnetic Microwires as Temperature Sensors in Measurements of Thermal Conductivity / Metals, 2023, 13(1), 109
133. НОУ-ХАУ, № 01-341-2026, С.А. Гудошников, И.В. Козлов, Г.Н. Елманов, Ю.Б. Гребенщиков, В.И. Одинцов, А.Э. Саракуева, Способ взаимного размещения температурного и магнитоимпедансного датчиков для компенсации температурной погрешности, зарегистрировано в Депозитарии ноу-хау НИТУ МИСИС ОИС от 03.03.2026
134. Патент № 2840821 РФ. В.И. Одинцов, А.Э. Саракуева, С.А. Гудошников, Электронный терморегулятор на основе ферромагнитных микропроводов, дата приоритета 17.05.2024, опубликовано 28.05.2025, бюл. № 16
135. M.Vazquez, W. Fernengel, H. Kronmüller. The effect of tensile stresses on the magnetic properties of $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$ amorphous alloys Phys.Stat. Sol. 80 (1983) 195.
136. J. Gonzalez, A.P. Zhukov, J.M. Blanco, A.F. Cobeno, M. Vazquez, K. Kulakowski, Evaluation of the saturation magnetostriction in nearly zero magnetostrictive glass-coated amorphous microwires, J. Appl. Phys. 87 (2000) 5950
137. K. Narita, J. Yamasaki, H. Fukunaga. Measurement of saturation magnetostriction of a thin amorphous ribbon by means of small-angle magnetization rotation, IEEE Trans. Magn. 16 (1980) 435
138. A. Siemko, H. Lachowicz, On indirect measurements of saturation magnetostriction in low-magnetostrictive metallic glasses, IEEE Trans. Magn. 23 (1987) 2563-2565
139. A. Hernando, M. Vazquez, V. Madurga, H. Kronmüller. Modification of the saturation magnetostriction constant after thermal treatments for the

- $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{B}_{16}\text{Si}_{11}$ amorphous ribbon, J. Magn. Magn. Mater. 37 (1983) 161.
140. Churyukanova M., Kaloshkin S., Kostitcyna E., Shuvaeva E., Sudarchikova V., Zhukova V., Talaat A., Zhukov A., Gudoshnikov S. Correlation between thermal and magnetic properties of glass coated microwires / JALCOM, 2014, 615, S242-S246
 141. P.T. Square, D. Atkinson, M.R.J. Gibbs, S. Atalay. Amorphous wires and their applications, J. Magn. Magn. Mater. 132 (1994).
 142. M. Vazquez, A. Hernando, A soft magnetic wire for sensor applications, J. Phys. D: Appl. Phys. 29 (1996) 939
 143. .M. Vazquez, A.P. Zhukov, Magnetic properties of glass-coated amorphous and nanocrystalline microwires, J. Magn. Magn. Mater. 160 (1996) 223
 144. G.R. Aranda, N.A. Usov, V. Zhukova, A. Zhukov, J. Gonzalez, Magnetostatic properties of Co-rich amorphous microwires: theory and experiment, Phys. Stat. Sol. A 205 (2008) 1800-1804
 145. **Гудошников С.А.**, Любимов Б.Я., Усов Н.А., Игнатов А.С., Тарасов В.П., Криволапова О.Н., «Датчик измерения механических напряжений», Патент на изобретение РФ № 2552124, дата приоритета 13.12.2013, опубликовано 10.06.2015, бюл. №16
 146. **Гудошников С.А.**, Попова А.В., Фатеев В.М., Игнатов А.С., Тарасов В.П., Гореликов Е.С., Криволапова О.Н. «Датчик измерения механических деформаций», Патент № 2654827 РФ, заявлено 23.11.2016, опубл. 22.05.2018. Бюл. №15
 147. Тарасов В.П., Гореликов Е.С., Криволапова О.Н., Хохлова О.В., Игнатов А.С., **Гудошников С.А.**, Попова А.В., Фатеев В.М. «Датчик измерения механических деформаций» Патент № 2653563 РФ, заявлено 14.06.2017, опубл. 11.05.2018. Бюл. №14

148. Патент ЕР № 030754. Гудошников С.А., Любимов Б.Я., Усов Н.А. Игнатов А.С., Тарасов В.П., Криволапова О.Н., Датчик измерения механических напряжений, дата выдачи 28.09.2018, бюл. №9
149. Gudoshnikov, S.A. ,Liubimov, B.Y. ,Usov N.F., Ignatov, A.S. , Tarasov V.P.,Krivolapova, O.N.Golyshko N.T. International Application Published Under Panent Cooperation Teaty (PCT) WO 2015088372 A1 Mechanical Stress Sensor, 18.06.2015
150. L.V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, M. Noda. Giant magneto-impedance and magneto-inductive effects in amorphous alloys // J. Appl. Phys., 1994, v. 76, N 10, p. 6198-6203
151. K.V. Rao, F.B. Humphrey, J.L. Costa-Krämer. Very large magneto-impedance in amorphous soft ferromagnetic wires // J. Appl. Phys., 1994, v. 76, N 10, p. 6204-6208.
152. R.S. Beach, A.E. Berkowitz. Sensitive field- and frequency-dependent impedance spectra of amorphous FeCoSiB wire and ribbon // J. Appl. Phys., 1994, v. 76, N 10, p. 6209-6213
153. Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. Электродинамика сплошных сред. М.: Наука, 1992. 664
154. Бузников Н.А., Гигантский магнитоимпеданс и высокочастотные нелинейные эффекты в магнитомягких проводниках Бузников Никита Александрович Дисс. докт. физ.-мат. наук. / спец. 01.04.11 / Бузников Никита Александрович – Москва, – 2014. – 262 с
155. P. Ripka. Sensors based on bulk soft magnetic materials: Advances and challenges // J. Magn. Magn. Mater., 2008, v. 320, N 20, p. 2466-2473
156. K. Mohri, T. Uchiyama, L.P. Shen,; C.M. Cai, and L.V. Panina, Amorphous wire and CMOS IC-based sensitive micro-magnetic sensors (GMI sensor and MI sensor) for intelligent measurements and controls, Sens. and Actuat. A: Phys. 91, No. 1-2, 85 (2001), ISSN: 0924-4247

157. T. Uchiyama, S. Nakayama, K. Mohri, K. Bushida, Biomagnetic field detection using very high sensitive MI sensor for medical application, *Phys. Status Solidi A* **206**, No 4, 639 (2009).
158. B. Dufay, S. Saez, C. Dolabdjian, A. Yelon, D. Menard, Development of a High Sensitivity GMI Magnetometer: Comparison With a Commercial Flux-Gate, *IEEE Trans. Magn.* **49**, No 1, 85 (2013).
159. P. Kollu, D.Y. Kim, and C.G. Kim, A highly sensitive magnetic sensor using the Giant MagnetoImpedance effect, *J. of Magn.* **12**, No. 1, 35 (2007).
160. Usov N.A. and Gudoshnikov S.A., Giant Magneto-Impedance Effect in Amorphous Ferromagnetic Microwire with a Weak Helical Anisotropy / Chapter 4 in Springer Ser. Materials, v. 252, "High performance soft magnetic materials", Ed.A.P. Zhukov, 2017, ISBN 978-3-319-49705-1
161. N. Usov, A. Antonov, A. Dykhne, and A. Lagar'kov. Stress dependence of the hysteresis loops of Co-rich amorphous wire. *J. Phys.: Condens. Matter* **10** (1998) pp. 2453-2463
162. **S.A. Gudoshnikov**, Yu.B. Grebenshchikov, B.Ya. Ljubimov, P.S. Palvanov, N.A. Usov, M. Ipatov, A. Zhukov, and J. Gonzalez. Local nucleation field and characteristic width of head to head domain wall in Fe-rich amorphous microwire. *Phys. stat. sol. (a)*, **206** (2009) pp. 613-617
163. A.S. Antonov, V.T. Borisov, O.V. Borisov, A.F. Prokoshin, and N.A. Usov. Residual quenching stresses in glass-coated amorphous ferromagnetic wires. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **33** (2000) pp. 1161-1168.
164. G.R. Aranda, N.A. Usov, V. Zhukova, A. Zhukov, and J. Gonzalez. Hysteretic properties of Co-rich amorphous microwires: theory and experiment. *phys. stat. sol. (a)*, **205** (2008) pp. 1800– 1804.
165. W. F. Brown, Jr., *Micromagnetics*, Wiley-Interscience, New York, London, (1963)
166. N. A. Usov, **S. A. Gudoshnikov**, Magnetization reversal process and peculiarities of giant magneto-impedance effect in amorphous ferromagnetic

- microwire with helical anisotropy, *Phys.Status Solidi A*, 211(5) 1055-1061 (2014)
167. N. Fry, D. Makhnovsky, L. Panina, S. Sandacci, D. Mapps, and M. Akhter, Off-diagonal magnetoimpedance in NiFe-Au-NiFe layered film and its application to linear magnetic sensors, *IEEE Trans. Magn.* 40, 3358 (2004).
168. **Гудошников С.А.**, Бардин И.В., Баутин В.А., Ноздрин А.Г., Попова А.В., Прохорова Ю.В., Скомаровский В.С., Любимов Б.Я., Сеферян А.Г., Усов Н.А., Высокочувствительный сканирующий магнитометр на основе эффекта гигантского магнитного импеданса для измерений локальных магнитных полей коррозионных токов / Письма в журнал технической физики, 2016, том 42, выпуск 10, стр.47-53
169. Н.Д. Томашов, Г.П. Чернова. Теория коррозии и коррозионностойкие конструкционные сплавы / М.: Металлургия, 1986, 359 с.
170. E.E. Stansbury, R.A. Buchanan, *Fundamentals of electrochemical corrosion*. // ASM International, 2000, 487 p
171. **Gudoshnikov S**, Danilov G.; Gorelikov E.; Grebenshchikov, Yu.; Odintsov V.; Venediktov S., Scanning magnetometer based on magnetoimpedance sensor for measuring a remnant magnetization of printed toners / *Measurement: Journal of the International Measurement Confederation*, 2022, 204, 112045
172. M. Ataefard, E. Ghasemi, and M. Ebadi, Effect of micro- and nanomagnetite on printing toner properties, *The Scientific World Journal*, V 2014, ID 706367, <http://dx.doi.org/10.1155/2014/706367>

Приложение А

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ



**ИНСТИТУТ ЗЕМНОГО МАГНЕТИЗМА, ИОНОСФЕРЫ
И РАСПРОСТРАНЕНИЯ РАДИОВОЛН им. Н.В. Пушкова
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК**

108840, г. Москва, г. Троицк
Калужское шоссе, д. 4, ИЗМИРАН

Тел. канц.: (495) 851-02-80
Факс: (495) 851-01-24

izmiran@izmiran.ru
http://www.izmiran.ru

ОКПО 02699636,

ОГРН 1035009350375,

ИНН/КПП 5046005410 / 775101001

№ _____
На № _____ от _____

В Диссертационный совет НИТУ МИСИС
119049 г. Москва, Ленинский пр. д.4. стр.1

[О внедрении результатов]



УТВЕРЖДАЮ
Директор ИЗМИРАН

А.А. Абунин
09 2026 г.

АКТ

о внедрении результатов докторской диссертационной работы
Гудошникова Сергея Александровича

Настоящий акт составлен о том, что результаты диссертационной работы на тему «Управление свойствами аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Со и их применение в сенсорных устройствах», представленной на соискание ученой степени доктора физико-математических наук, использованы в ходе выполнения работ по теме «Исследование структуры и динамики магнитного поля Земли и планет», регистрационный номер 1025032100232-5-1.3.8.

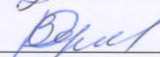
В ходе проведенных работ выполнены исследования терморезистивных и магнитных свойств микропроводов состава $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ в аморфном и кристаллизованном состояниях. По результатам совместных разработок получены три патента и опубликованы две статьи в журналах, входящих в перечень рецензируемых изданий ВАК и индексируемых в базах данных Web of Science/Scopus, указанных в Приложении.

На основе полученных результатов предложен способ компенсации температурной нестабильности магнитоимпедансных датчиков, позволяющий снизить тепловое влияние на результаты магнитных измерений более чем в 50 раз.

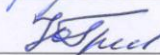
Председатель комиссии: ВНС

 / Петров В.Г.

Члены комиссии: СНС

 / Одинцов В.И.

СНС

 / Гребенчиков Ю.Б.

Список патентов и публикаций

Установка для отжига аморфных ферромагнитных микропроводов, пат. RU 2860726 C2 / В.И. Одинцов, А.Э. Саракуева, А.С. Амиантов, В.Г. Петров, С.А. Гудосников; заявитель и патентообладатель ФГБУН Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н.В. Пушкина Российской академии наук (ИЗМИРАН)- № 2024123363; заявл. 13.08.2024, опубл. 21.04.2026, Бюл. № 12, 5 с

Электронный терморегулятор на основе ферромагнитных микропроводов, пат. RU 2840821/ В.И. Одинцов, А.Э. Саракуева, С.А. Гудосников; заявитель и патентообладатель ФГБУН Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н.В. Пушкина Российской академии наук (ИЗМИРАН) - № 2024113418, заявл. 17.05.2024, опубл. 28.05.2025, Бюл. № 16, 7 с.

Способ определения температуры аморфных ферромагнитных микропроводов при токовом нагреве, пат. RU 2696826 C1./ Одинцов В.И., Гудосников С.А., Любимов Б.Я., Меньшов С.А.; заявитель и патентообладатель ФГБУН Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н.В. Пушкина Российской академии наук (ИЗМИРАН)- № 2018146105; заявл. 2018.12.25, опубл. 2019.08.06, Бюл. № 22, 14 с.

G.N. Elmanov, I.V. Kozlov, A.E. Sarakueva, V.I. Odintsov, M.N. Churyukanova, S.A. Gudoshnikov, The influence of chromium on the changes in phase constitution and electrical properties of amorphous $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ microwires during crystallization // *Intermetallics*. – 2025. – Vol. 184. №108848. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2025.108848>

A.E. Sarakueva, G.E. Danilov, Yu.B. Grebenshchikov, V.I. Odintsov, A.V. Popova and S.A. Gudoshnikov, Magnetic Properties of $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ Ferromagnetic Microwires in Amorphous and Crystalline State // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics V*. 2025, Vol. 88, Suppl. 1, pp. S64–S69 // DOI: [10.1134/S1062873824708808](https://doi.org/10.1134/S1062873824708808)

Приложение Б



Общество с ограниченной ответственностью
«Магнитные и криоэлектронные системы»
(ООО «МаКриЭл системс»)

ИНН 7731270083 КПП 775101001, <http://www.macryel.com>
108840, г. Москва, вн. тер. г. городской округ Троицк, г. Троицк,
ш. Калужское, д. 4, стр. 9
Тел. +7(916)262-54-15, E-mail: gudnat@izmiran.ru



АКТ

о внедрении результатов докторской диссертационной работы Гудошникова Сергея Александровича

Комиссия в составе:

председатель: зам. ген. директора Попова Н.В.,

члены комиссии: инженер Калиничева Е.С. и инженер Лебедева И.В.,

составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы на тему **«Управление свойствами аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Со и их применение в сенсорных устройствах»**, представленной на соискание ученой степени доктора физико-математических наук, использованы в деятельности ООО «МаКриЭл системс» при разработке магнитоизмерительного оборудования, его производстве и испытаниях. На результаты совместных разработок получено 4 (четыре) патента РФ. Список разработанного специализированного оборудования включает следующие измерительные системы:

1. Вибрационный магнитометр;
2. Устройство для измерения характеристик АФМ (метод Сикстуса Тонгса);
3. Устройство для измерения характеристик аморфных ферромагнитных проводов (метод малоуглового вращения вектора намагниченности);
4. Магнитометр на эффекте гигантского магнитного импеданса. На средство измерения «Магнитометр магнитоимпедансный 1221» получен сертификат калибровки, Приложение 1.

Разработанное специализированное научное оборудование предназначено для исследования магнитных свойств образцов содержащих малые количества магнитного вещества и измерения слабых магнитных полей.

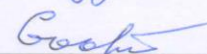
Результаты внедрялись при выполнении договорных работ по темам:

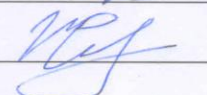
1. МГТУ МИРЭА, договор № 03-07/12 от 11.07.2012г.
2. ФГУП «ЦНИИХМ», договор № 2016-11-01/1411-Г от 10.11.2016г.

Председатель комиссии

 /Попова Н.В.

Члены комиссии:

 /Калиничева Е.С.

 /Лебедева И.В.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

ВСЕРОССИЙСКИЙ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ
И РАДИОТЕХНИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

ФГУП «ВНИИФТРИ»

СЕРТИФИКАТ
КАЛИБРОВКИ
№ 1/123-1015-24

Средство измерений Магнитометр магнитоимпедансный, ГМИ-1221
измерение, тип, модификация

Заводской номер: 003

В составе: -

Обозначение методики калибровки: МИ 156-78 «ГСИ. Методика поверки рабочих средств измерений магнитной индукции постоянного поля в диапазоне 10 нТл - 50 мТл»; МИ 166-78 «ГСИ. Методика поверки рабочих средств измерений магнитной индукции переменного поля»

Калибровка выполнена с помощью:
3.1.ZZT.0411.2023; 3.1.ZZT.0393.2022
исходные эталоны, его идентификация, данные об аттестации с указанием прослеживаемости до государственных первичных эталонов единиц величин

Условия проведения калибровки: температура окружающего воздуха 24 °С, относительная влажность воздуха 30 %, атмосферное давление 744 мм рт.ст., напряжение сети 220,0 В, частота сети 50 Гц

Действительные значения и неопределенности измерений метрологических характеристик по результатам калибровки (могут быть приведены на обороте сертификата)

Другие данные в соответствии с договором о проведении калибровки

Зам. начальника НИО-1 по научной работе Клеопин Андрей Владимирович
Подпись фамилия и. о.

Начальник лаборатории Ескин Андрей Евгеньевич
Подпись фамилия и. о.

Дата калибровки «05» апреля 2024 г.

Оттиск калибровочного клейма

СК № 0066121

Приложение В



МИНИСТЕРСТВО
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ДЕЛАМ ГРАЖДАНСКОЙ ОБОРОНЫ,
ЧРЕЗВЫЧАЙНЫМ СИТУАЦИЯМ
И ЛИКВИДАЦИИ ПОСЛЕДСТВИЙ
СТИХИЙНЫХ БЕДСТВИЙ
(МЧС РОССИИ)

Театральный проезд, 3, Москва, 109012
Тел.: 626-39-01; факс: 624-19-46
Телетайп: 114-833 «ОПЕРОН»
E-mail: info@mchs.gov.ru

В Диссертационный совет НИТУ МИСИС
119049 г. Москва, Ленинский пр., д.4, стр. 1

17.03.2026 № 405/718/ДПЗ

На № _____ от _____

О внедрении результатов

А К Т

о внедрении результатов докторской диссертационной работы
Гудошникова Сергея Александровича на тему «Управление свойствами
аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Со и их применение в
сенсорных устройствах».

Комиссия в составе:

Председатель комиссии:

Заместитель директора Департамента гражданской защиты МЧС России
Ю.В. Сидельников

Члены комиссии:

1. заместитель начальника Управления пожарно-спасательных сил ГУ МЧС
России по г. Москве С.Н. Смыгалин
2. старший научный сотрудник УНК Академии ГПС МЧС России
М.А. Шурыгин

составили настоящий акт о том, что результаты указанной научной
работы были использованы в ходе разработки конструкторской
документации на мобильный диагностический комплекс и изготовлении
опытного образца мобильного диагностического комплекса для
прогнозирования состояния пожарно-технического вооружения и
объектов различного назначения до и после пожаротушения.

Основные результаты работы и их практическая ценность:

Проведен анализ существующих материалов и технологий их изготовления, используемых в приборах определения и прогнозирования состояния объектов.

Разработана технология изготовления интеллектуальных материалов на основе композитов.

Разработаны и созданы образцы стресс-чувствительных датчиков на основе АФМ для контроля механических напряжений.

Разработан опытный образец мобильного диагностического комплекса, используемого для прогнозирования состояния пожарно-технического вооружения и объектов различного назначения до и после пожаротушения.

Новизна, уникальность, основные научные достижения:

Новизна обусловлена тем, что разработана технология получения новой группы аморфных ферромагнитных микропроводов (далее - АФМ) с улучшенными пластичными и магнитными свойствами. Впервые разработаны и созданы образцы стресс-чувствительных датчиков для контроля механических напряжений на основе АФМ.

Новым и оригинальным подходом в получении АФМ с улучшенными магнитными и механическими свойствами, является управление их магнитными свойствами (магнитная восприимчивость, поле анизотропии) за счет приложения контролируемых режимов отжига.

Научным достижением является разработка новых АФМ, способных изменять свои магнитные свойства в ответ на механические напряжения, приложенные низкочастотные и высокочастотные электромагнитные поля, изменение температуры.

Результаты оценки научно-исследовательского уровня работы и способы ее внедрения:

В ходе проведения испытаний опытного образца мобильного диагностического комплекса на основе АФМ стресс-чувствительных датчиков «Композит» (МДК «Композит») установлены следующие основные технические характеристики опытного образца МДК «Композит»:

число измерительных каналов – 8;

режим работы МДК «Композит» – автоматический;

длина чувствительного элемента АФМС-датчика, 80 ± 4 мм;

диапазон измерения деформаций АФМС-датчика, не менее ± 0.4 мм (0.5%);

разрешающая способность, не менее 10 мкм;

напряжение питания АФМС-датчиков, $12 \pm 0,9$ В;

габаритные размеры в сборе 40x50x24 см;

масса не более 20 кг.

Разработанные в ходе выполнения работы АФМ стресс-чувствительные датчики совместно с электронными регистраторами представляют собой новый тип измерителей механических напряжений, позволяющие контролировать малые

механические напряжения и механические смещения на различных конструктивных элементах и деталях ответственного назначения, что позволяет использовать результаты для прогнозирования состояния объектов различного назначения до и после пожаротушения.

Реализация полученных результатов осуществлена при создании опытного образца мобильного диагностического комплекса, прошедшего весь комплекс требуемых испытаний, который может применяться подразделениями МЧС России для прогнозирования состояния пожарно-технического вооружения и объектов различного назначения до и после пожаротушения.

Председатель комиссии

Члены комиссии:



Ю.В. Сидельников

 С.Н. Смыгалин

 М.А. Шурыгин