

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

Неъматов Махсудшо Гайратович

Разработка методов модификации магнитомеханических свойств аморфных микропроводов для построения высокочувствительных миниатюрных датчиков механических напряжений

05.27.06 – Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: Панина Лариса Владимировна
доктор физико-математических наук,
ведущий научный сотрудник кафедры
Технологий материалов электроники, НИТУ «МИСиС»

Общая характеристика работы

Актуальность работы

Ферромагнитные микропровода с аморфной или нанокристаллической структурой имеют ряд специфических магнитных свойств: магнитная бистабильность и высокие скорости распространения доменных границ [1-3], очень большое изменение высокочастотного импеданса под действием слабых магнитных полей (МИ) [4], механических напряжений [5] и температуры [6]. Все указанные свойства представляют интерес для фундаментальных исследований, а также для разработки различных сенсоров. В соответствии с формированием магнитной структуры, выделяют два основных типа микропроводов. Первый тип характеризуется преимущественно осевой магнитной анизотропией и прямоугольной петлей магнитного гистерезиса, измеренной во внешнем магнитном поле вдоль оси провода. Микропровода такого типа позволяют реализовать сверхбыстрое движение доменных границ, что перспективно для разработки логических устройств [7]. Кроме того, при их перемагничивании генерируется узкий сигнал электрического напряжения, в спектре которого имеются высшие гармоники, обусловленные скачкообразным изменением намагниченности (то есть, сильной нелинейностью) [7-8]. Детектирование высших гармоник возможно с высокой точностью с использованием селективных усилителей (lock-in techniques [9]). Недавно этот принцип был предложен для детектирования магнитных наночастиц, используемых в магнитной томографии и в качестве биомаркеров [10]. Амплитуды гармонического спектра определяются скоростью перемагничивания, которая в ферромагнитных микропроводах может зависеть от внешних параметров, влияющих на магнитную структуру, таких как деформация, механическое напряжение, температура. Следовательно, подобные системы могут использоваться в качестве беспроводных датчиков с дистанционным опросом. В данной работе предлагается усилить эти эффекты с применением микропроводов, в которых константа магнитострикции может также зависеть от механических напряжений.

Второй тип микропроводов характеризуется геликоидальной или почти циркулярной магнитной структурой и наклонной петлей гистерезиса с насыщением. Эти провода являются одними из лучших материалов для реализации МИ эффекта. К

настоящему времени, достигнутые чувствительности превышают 100% на Эрстед [11-12]. Указанное свойство сходно с явлением гигантского магниторезистивного эффекта и используется при разработке высокочувствительных магнитных датчиков для регистрации сверх малых магнитных полей (см., например, обзор [13]). Такие провода могут также применяться в качестве встроенных сенсоров, которые работают на гигагерцевых частотах [14]. В данной работе разрабатываются методы модификации магнитной структуры для достижения МИ, чувствительного к механическим напряжениям.

Миниатюрные датчики на основе аморфных ферромагнитных микропроводов имеют высокий потенциал для применений в самых различных областях таких как: неразрушающий контроль композитных материалов и целостности различных конструкций, авто и авиа техника, биомедицина. Следует отметить преимущества использования магнитных микропроводов в качестве встроенных датчиков, что включает миниатюрность и геометрическую совместимость с композиционными волокнами, высокую чувствительность отклика, относительно простую обработку выходных сигналов, а также небольшую стоимость. Разработки подобных технологий ведутся в ведущих мировых научных центрах (в США, Испании, Японии и Китае). Следовательно, оптимизация структурных и магнитных параметров аморфных микропроводов, исследование влияния различных внешних факторов на их магнитные свойства для определенных приложений – миниатюрных высокочувствительных сенсоров механических напряжений - являются актуальными задачами.

Цели и задачи. Целью данной работы являлась разработка методов модификации структурных и магнитных свойств аморфных микропроводов для применения в качестве миниатюрных сенсорных элементов, принципов и технологии изготовления высокочувствительных сенсоров механических напряжений для неразрушающего контроля конструкций и биологических тканей с улучшенными характеристиками, а также в качестве альтернативы оптоволоконным и пьезоэлектрическим датчикам.

Конкретные задачи работы заключались в следующем:

1. Исследование механизмов наведенной магнитной анизотропии с помощью отжига постоянным электрическим током в аморфных микропроводах на основе Co и определение оптимальных условий отжига для достижения, заданных циркулярной анизотропии и магнитострикции. разработка режимов отжига для оптимизации магнитной структуры.

2. Исследование воздействия внешних и внутренних механических напряжений на процессы перемагничивания аморфных проводов с различным типом магнитной анизотропии и достижение значительных изменений амплитуд высших гармоник при воздействии механических напряжений за счет изменения типа магнитной анизотропии и доменной структуры.

3. Исследование зависимости высокочастотного импеданса от внешних механических напряжений в микропроводах с наведенной магнитной анизотропией. Достижение высокой чувствительности изменения импеданса в отсутствие внешних магнитных полей.

4. Разработка сенсора механических напряжений на основе аморфных микропроводов состава CoFeSiBCr с оптимизированной магнитной структурой. Разработка сенсорной ячейки и возбуждающих плоских катушек для измерения механических напряжений с дистанционным опросом.

Научная новизна работы:

В последнее время предпринимаются значительные усилия для развития неразрушающих методов контроля механических напряжений, возникающих при деформации различных объектов, а также локальных градиентов температуры. В настоящей работе предложен новый способ мониторинга внутренних напряжений в композитных материалах. Метод можно отнести к встроенной сенсорной технологии, где чувствительным элементом является ферромагнитный микропровод в стеклянной оболочке, обладающий специфическим типом магнитной анизотропии и доменной структуры. В процессе перемагничивания микропровода возникает резкий скачок напряжения, который характеризуется высокочастотными гармониками в спектре сигнала. При определенных условиях, соответствующих трансформации магнитной структуры, возникают особенности в поведении гармонического спектра. Изменение

магнитной структуры может происходить под действием внешних механических напряжений, так как в аморфных сплавах магнитоупругие взаимодействия являются основным источником магнитной анизотропии. Эти эффекты могут использоваться для разработки миниатюрных беспроводных стресс-чувствительных индуктивных датчиков. Таким образом, впервые предлагается использовать особенности гармонического спектра для детектирования механических напряжений. Повышение чувствительности обусловлено малыми значениями константы магнитострикции и ее зависимостью от механических напряжений, что также контрастирует с известными магнитострикционными методами, использующими материалы с высокими константами магнитострикции.

Спектральный анализ позволяет оптимизировать соотношение сигнал/шум, а также минимизировать влияние фиксации сенсорных элементов. При использовании нескольких микропроводов и определенных магнитных полей смещения возможен многопараметрический анализ по одновременному мониторингу механических напряжений и температуры.

Впервые была реализована наведенная анизотропия циркулярного типа совместно с положительной константой магнитострикции, что является оптимальным для реализации процессов перемагничивания, чувствительных к воздействию механических напряжений. При положительной магнитострикции магнитоупругие взаимодействия вносят противоположный вклад в общую энергию магнитной анизотропии и изменяют ориентацию намагниченности. Впервые был исследован стресс-чувствительный МИ в этой конфигурации.

Практическая значимость работы

Практическая значимость работы прежде всего связана с разработкой новых типов миниатюрных сенсоров механических напряжений, которые могут использоваться как для измерений локальных напряжений, так и для мониторинга состояния материалов, конструкций и биологических тканей. Сенсоры, основанные на генерации высших гармоник, могут рассматриваться в качестве альтернативы оптоволоконным и пьезоэлектрическим датчикам. Предложенный спектральный метод отличается от стандартных магнито-индуктивных методов, позволяющих осуществлять мониторинг только одного параметра (механического напряжения или

температуры). Он может быть усовершенствован для реализации многопараметрических сенсоров.

Проведенные исследования позволили разработать как технологии изготовления бесконтактных встраиваемых сенсоров на основе магнитных микропроводов, так и принципы работы системы детектирования (считывания) данных с бесконтактных сенсоров.

Были достигнуты рекордные значения чувствительности МИ на частотах порядка 50-100 МГц к внешним механическим напряжениям, которые превышают 165 % при нагрузках $\sigma_{ex} < 100$ МПа, причем такие чувствительности реализуется без использования дополнительных магнитных полей или токов смещения.

Разработана методика и оборудование для проведения токового отжига с удаленным контролем температуры. На методику получен патент (заявка №2018146148/28(077138), положительное решение от 11.04.2019).

На защиту выносятся:

1. Методика бесконтактного контроля механических напряжений с автокалибровкой, заключающаяся в измерении и анализе гармонического спектра сигнала электрического напряжения, индуцированного при переманчивании аморфного микропровода, обладающего магнитной анизотропией, зависящей от механических напряжений.

2. Методика формирования обратной по отношению к магнитострикции анизотропии, то есть магнитной анизотропии с циркулярной легкой осью и положительной магнитострикцией, в аморфных микропроводах на основе Со с использованием токового отжига.

3. Рекордно высокие значения чувствительности МИ к механическим напряжениям достигнуты без использования дополнительных полей смещения в аморфных микропроводах, в которых сформирована обратная анизотропия.

4. Конструкция бесконтактного сенсора механических напряжений, в котором используется зависимость гармонического спектра сигнала электрического напряжения, индуцированного при перемагничивании аморфного микропровода.

Личный вклад автора

Автор принимал участие в выборе объектов и методов исследования, проведении экспериментальных исследований, анализе результатов и подготовке публикаций. Автором создана установка для измерения кривых магнитного гистерезиса в присутствии механических напряжений. Неъматов М. Г. непосредственно участвовал в разработке термических методов управления свойствами микропроводов, а также под руководством автора разрабатывалась технология изготовления чувствительного элемента и датчика на его основе. Автор принимал непосредственное участие в написании научных работ.

Апробация работы

Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях: The Joint European Magnetic Symposia (JEMS2019) at Uppsala Konsert & Kongress; the concert/congress hall of Uppsala, August 26-30 2019. The III International Baltic Conference on Magnetism (IBCM) at Svetlogorsk, Kaliningrad, Russia, from 18th to 22nd of August 2019. The 8th International Workshop on Magnetic Wires (IWMW 2019) at Svetlogorsk (Kaliningrad region, Russia), 21st –22nd August 2019. The Joint European Magnetic Symposia (JEMS2018) at the conference center Rheingoldhalle in Mainz, Germany from the 3rd to the 7th of September 2018; The 25th International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM 2018) at the Frentani Convention Centre, in Rome, Italy, from July 2nd – 6st 2018; The International Magnetism Conference (Intermag) 2017 in Dublin, Ireland, from April 24th to April 28th, 2017; The Joint European Magnetic Symposia (JEMS2016) from 21-26 august 2016, SECC: Scottish Exhibition and Conference Centre, Glasgow, UK; «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (НМММ-XXIII), г. Москва, МИРЭА, от 30 июня - 5 июля 2018; All-Russia Science & Technology Conference "Problems of Advanced Micro- and Nanoelectronic Systems Development" MES-2016, Institute for Design Problems in Microelectronics of

Russian Academy of Sciences: Moscow 124365, Russian Federation, 3 October 2016;

Первом Российском кристаллографическом конгрессе (РКК), от конвергенции наук к природоподобным технологиям, 21-26 ноября 2016 года, Москва, ВДНХ; XXI Symposium “Nanophysics and Nanoelectronics”, Nizhny Novgorod, 603950, Russian Federation, 13 – 16 March 2017; Moscow International Symposium on Magnetism, MISM 2017, Magnetism Department, Faculty of Physics M.V. Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia, July 1-5, 2017;

Публикации:

По материалам данной диссертационной работы были опубликованы 8 статей в научных международных и российских журналах и сборниках, в том числе 4 статьи в зарубежных журналах, входящих в базу WOS, 6 статей в журналах из базы Scopus и 4 статьи в журналах, рекомендованных ВАК РФ. Получены два патента на изобретения (заявка №208146148/28(077138), положительное решение от 11.04.2019).

Структура и объем работы

Диссертация состоит из аннотации, введения, 4-х глав, общих выводов, списка публикаций по теме диссертации и списка используемой литературы. Вся работа изложена на 146 страниц, содержит 10 таблиц и 75 рисунков. Список используемой литературы включает 188 наименований.

Во введение обусловлена актуальность проводимых исследований, сформулирована основная цель и конкретные задачи работы, отмечена научная новизна и практическая значимость проведенных исследований, так же даны основные положения, выносимые на защиту, и представлена апробация работы.

Первая глава диссертации представляет собой литературный обзор, посвященный тематике исследования (аморфные ферромагнитные микропровода, методы их получения и модификации свойств, магнитные свойства и области применения). Особое внимание уделено модификации магнитной анизотропии с помощью термомагнитной обработки и влиянию механических напряжений на процессы намагничивания и магнитоимпеданс. Подчеркнуто, что исследования в

данной области ведутся во многих ведущих лабораториях (Китай, Испания, США). В конце первой главы сформулированы основные цели и задачи исследования на основе проведенного анализа.

Во второй главе представлена информация об исследуемых образцах, их особенностях и методах модификации их свойств (токовый отжиг, термический отжиг). Рассмотрены основные методики измерения кривых намагниченности и магнитоимпедансных характеристик микропроводов, а также обсуждаются методы термообработки для модификации магнитной структуры и улучшения температурной стабильности магнитных характеристик. Для исследования были выбраны аморфные ферромагнитные микропровода состава $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{11}\text{Cr}_3$ в стеклянной оболочке, в которых могут быть достигнуты почти нулевые значения константы магнитострикции ($|\lambda_s| = 10^{-7} - 10^{-8}$). С целью анализа структурных и фазовых свойств образцов были использованы следующие методы: рентгеноструктурный анализ (РСА), сканирующая электронная микроскопия (СЭМ), просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) и дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Для исследования магнитных свойств использовались: индуктивный метод измерения петли гистерезиса и магнитострикции, вибрационный магнитометр МВ-07 для исследования магнитного гистерезиса магнитотвердых образцов, векторный анализатор цепей для измерения высокочастотного импеданса. Для исследования влияния механических напряжений на амплитуду высших гармоник использовался селективный усилитель напряжения (lock-in-amplifier).

Физические свойства аморфных сплавов, изготовленных методом быстрой закалки, в значительной степени изменяются при термической обработке ниже температуры кристаллизации и перехода в парамагнитное состояние (точка Кюри), так как при этом происходит релаксация внутренних механических напряжений, наведенных в процессе изготовления, а также изменяются параметры ближнего атомного упорядочения [15]. Поэтому в аморфных ферромагнитных сплавах с помощью термообработки можно управлять направлением осей магнитной анизотропии, значением константы магнитострикции, распределением внутренних напряжений. С этой целью в работе были использованы два вида термообработки: температурный и токовый отжиг.

При использовании обоих методов термообработки улучшается температурная стабильность исследуемых образцов, но при температурном отжиге чувствительность импеданса к магнитному полю и процессов намагничивания к механическим напряжениям может уменьшиться, так как возникает разброс локальных осей анизотропии. Отжиг током устанавливает циркулярную анизотропию в значительном объеме микропровода за счет упорядочения атомных пар в круговом магнитном поле тока. Величина тока должна строго контролироваться, так как упорядочение возникает при температурах отжига, значительно меньших, чем температура Кюри. Для проведения токового отжига с удаленным контролем температуры было разработано специальное устройство (рис. 1.), по результатам разработки которого получен патент. Дополнительно, соотношение температуры отжига и величины тока контролировалось с помощью математического моделирования.

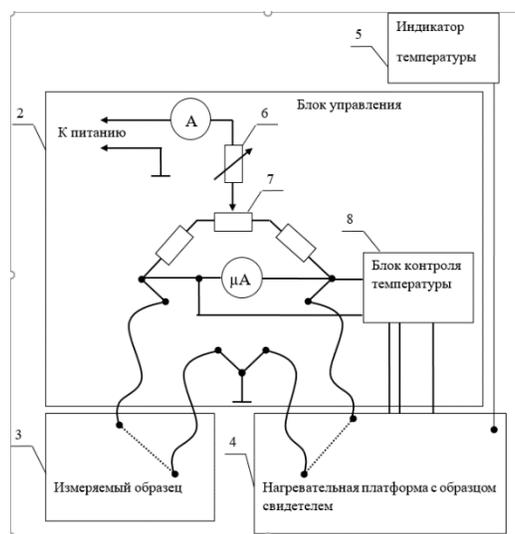


Рисунок 1 – Принципиальная схема устройства для токового отжига с удалённым контролем температуры.

Для регистрации спектра электрического сигнала, возникающего при перемагничивании аморфных ферромагнитных микропроводов, и исследования влияния механических напряжений на амплитуды высших гармоник была модернизирована установка с использованием селективного усилителя напряжений (lock-in-amplifier), принципиальная схема которой показана на рисунке 2а. С помощью этой установки и разработанной плоской катушки (рис. 2b) возможно измерение

механических напряжений на поверхности или внутри композитного материала путем дистанционного анализа гармонического спектра.

Также в данной главе рассмотрены методы измерения влияния механических напряжений на поведение магнитоимпеданса. Для этой цели были разработаны специальные измерительные и калибровочные ячейки. Последние потребовались, так как изменения геометрии образца и оснастки приводят к искажениям и большим погрешностям измерений. Принципиальная схема ячейки, которая позволяет проводить измерения на частотах до 6 ГГц с большой точностью, представлена на рисунке 3.

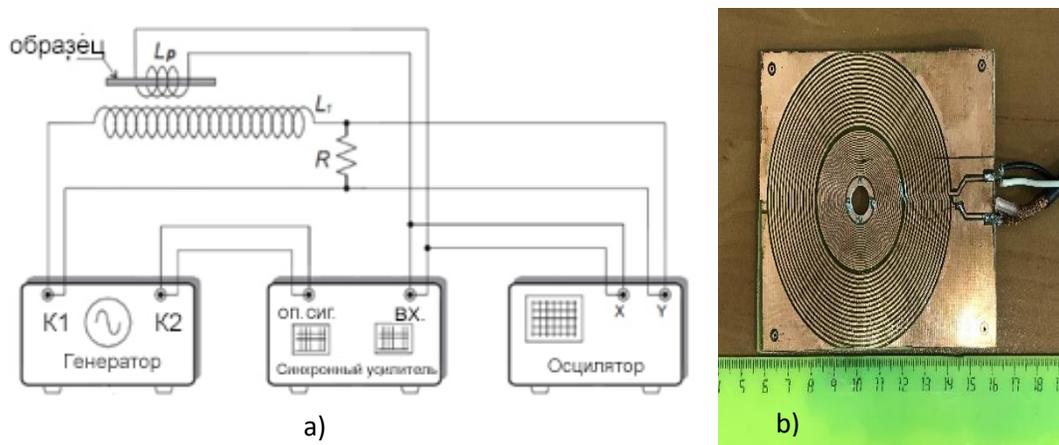


Рисунок 2 – Принципиальная схема модернизированной установки для измерения высших гармоник (а) и фотография плоской подмагничивающей/детектирующей катушки (b).

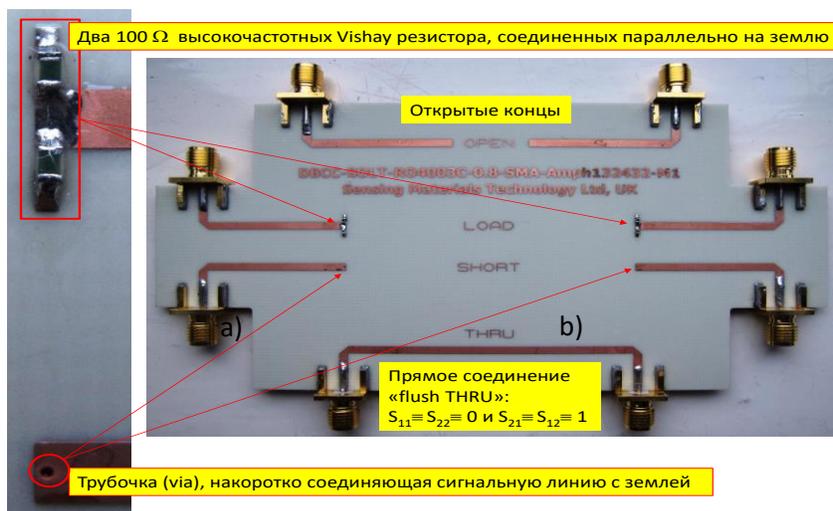


Рисунок 3 – Фото измерительной и калибровочной ячейки для измерения МИ с помощью векторного анализатора цепей.

В третьей главе проанализированы результаты экспериментальных исследований влияния механических напряжений на процессы намагничивания, гармонический спектр и магнитоимпеданс в микропроводах состава $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{11}\text{Cr}_3$. В исследовании использовались провода с разной геометрией (общим диаметром 29,5 мкм и 41,5 мкм и толщиной металлического сердечника 23,9 мкм и 36,3 мкм), именуемые в дальнейшем образец №1 и №2, соответственно. Также, были изучены структурные параметры микропроводов до и после термообработки методами рентгеновской дифракции, просвечивающей электронной микроскопии и дифференциальной сканирующей калориметрии. Была выявлена корреляция структурных и магнитных свойств.

Рентгенограммы исходных образцов до и после термообработки (обычный отжиг и отжиг током) показали наличие сплошного широкого гало, что типично для аморфного состояния (рис. 4b). Результаты ПЭМ также не обнаружили наличие кристаллических фаз после отжига при температуре 300 °С и отжига током с плотностью до 185 А/мм² (вставка к рис. 4b). Для выявления возможных фазовых переходов была проведена дифференциальная сканирующая колориметрия, с помощью которой были определены характерные температуры: температура начала кристаллизации ($T_{cr} = 736$ К) и температура Кюри перехода в парамагнитное состояние ($T_c = 637$ К) (рис. 4a). Измерения магнитострикции для образца №1 дали почти нулевые (но отрицательные) значения $\lambda_s = -1.68 \cdot 10^{-8}$. Константа

магнитострикции для образца №2 была положительной и значительно выше- $\lambda_s = 2 \cdot 10^{-6}$. Такое увеличение магнитострикции объяснялось частичной кристаллизацией, выявленной по сравнительному анализу кривых ДСК.

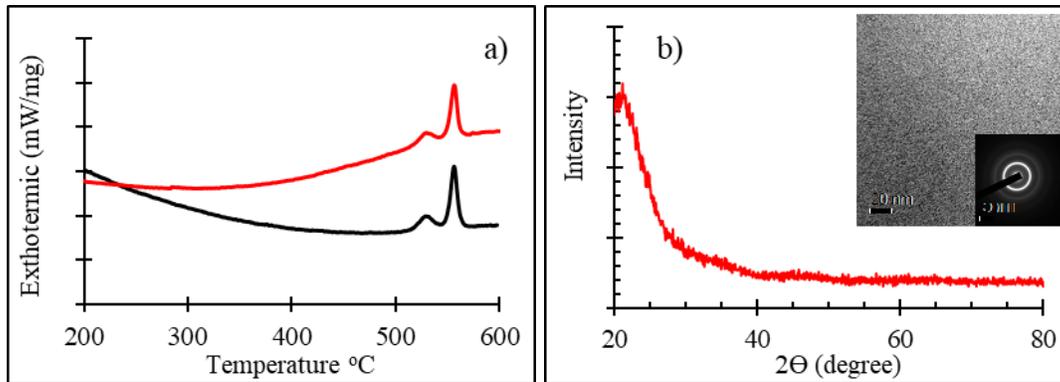


Рисунок 4 – Дифференциальная сканирующая калориметрия (а) и рентгенограмма (b) аморфных ферромагнитных микропроводов $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{11}\text{Cr}_3$ (образец №1) до (черная линия) и после термообработки током (красная линия). В рисунке на ставке приведен ПЕМ после отжига током 50 мА в течении 60 мин.

Процессы намагничивания и МИ в аморфных микропроводах во многом определяются магнитной анизотропией, поэтому термообработка (в печи или током) вызывает изменение характера магнитной анизотропии в проводах и приводит к изменению поведения петли гистерезиса и кривой МИ. Для микропроводов с аксиальной анизотропией форма петель гистерезиса имеет прямоугольную форму с малой коэрцитивной силой, следовательно, кривая МИ характеризуется одним центральным пиком, как показано на рисунках 5а и 5b. Петли гистерезиса для обоих образцов в исходном виде имеют почти идентичную форму, а поведение МИ отличается по максимуму при отсутствии магнитного поля. Как видно из графиков, одноосная анизотропия образца с большим диаметром (№2) значительно выше, что обусловлено большой и положительной константой магнитострикции. При приложении механических нагрузок изменение МИ для этого образца незначительно.

Для образца с меньшим диаметром (№1) наблюдаются большие изменения в поведении МИ под действием механических напряжений.

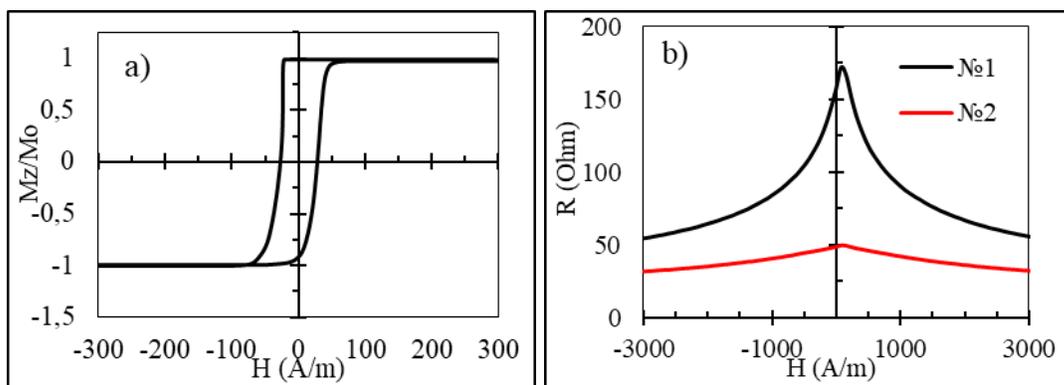
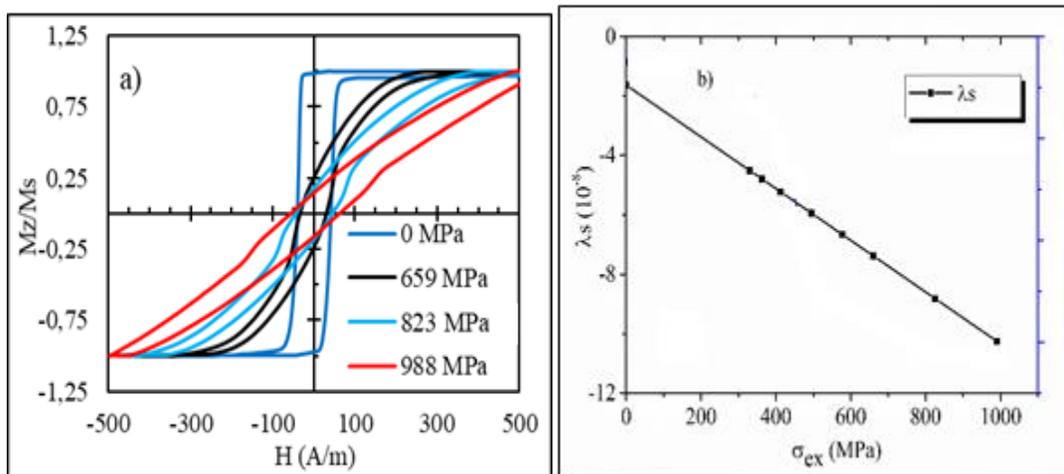


Рисунок 5 – Петли гистерезиса (а) и зависимость действительной части МИ от магнитного поля (б) в аморфных ферромагнитных микропроводах состава $Co_{71}Fe_5Si_{10}B_{11}Cr_3$ в исходном виде.

Для использования в сенсорах механических напряжений основное внимание было уделено проводам типа №1 с близким к нулю значением константы магнитострикции (λ_s), в которых под действием механических напряжений происходит изменение значения магнитострикции согласно $\lambda_s = \lambda_{s0} - B\sigma_{ex}$ (σ_{ex} –растягивающее напряжение, $B = (1 - 6)10^{-10}/\text{МПа}$ [16-18]). Изменение петель гистерезиса, магнитострикции и гармонического спектра от σ_{ex} представлено на рисунке 6.



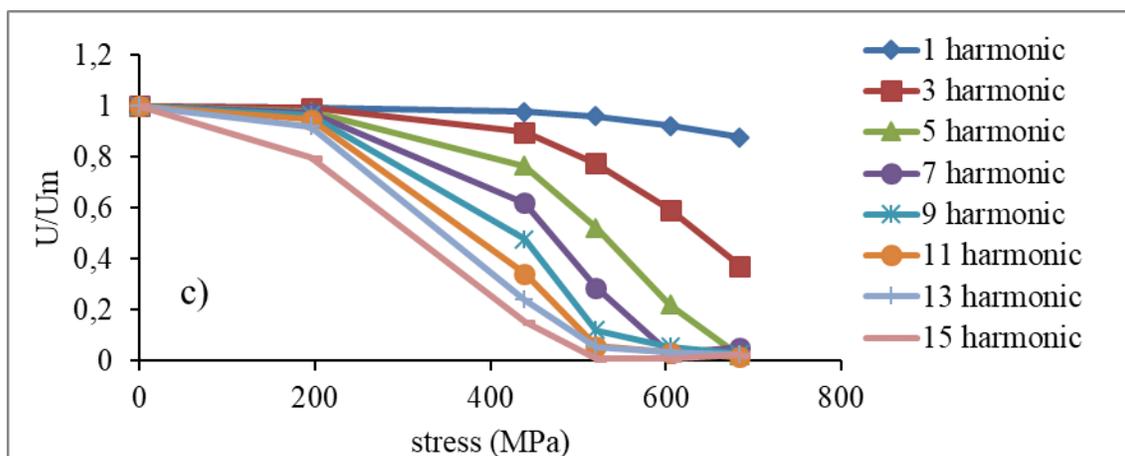


Рисунок 6 - Влияние растягивающего напряжения на формы петель гистерезиса (а), магнитострикцию (b) и амплитуды высших гармоник (с) в исходных аморфных микропроводах $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{11}\text{Cr}_3$ (для образца №1).

Под действием растягивающего напряжений образец №1 теряет свойство бистабильности, демонстрируя наклонную петлю гистерезиса с резко уменьшенной восприимчивостью, как показано на рисунке 6а. Данное преобразование происходит по причине увеличения магнитострикционного вклада в анизотропию, который при $\lambda_s < 0$ усиливает циркулярную анизотропию. Наклон кривых намагничивания приводит к уменьшению амплитуд высших гармоник при воздействии механических напряжений, как показано на рисунке 6с. Для данного образца также была изучена чувствительность к напряжению с учетом соотношения высоких гармоник. Указанное соотношение имеет очень высокую чувствительность к напряжению, что очень важно для практических целей, так как его можно использовать при калибровке во избежание воздействия измерительного оборудования. Подробно эти эффекты обсуждаются в Главе 4, которая посвящена разработке сенсоров механических напряжений на основе этого принципа.

Для усиления чувствительности магнитных свойств к механическим напряжениям проводилась термообработка постоянным и переменным током. Токовый отжиг (ТО), сочетающий в себе Джоулевый нагрев и круговое магнитное поле, применялся для установления циркулярной анизотропии и улучшения термостабильности. При этом также происходило изменение магнитострикции, которая приобретала небольшие положительные значения. Комбинация- почти циркулярная анизотропия и небольшая

положительная магнитострикция – была реализована впервые. При этом процессы намагничивания и МИ оказываются наиболее стресс-чувствительными. Режимы ТО были оптимизированы с целью установления нужных анизотропии и магнитострикции.

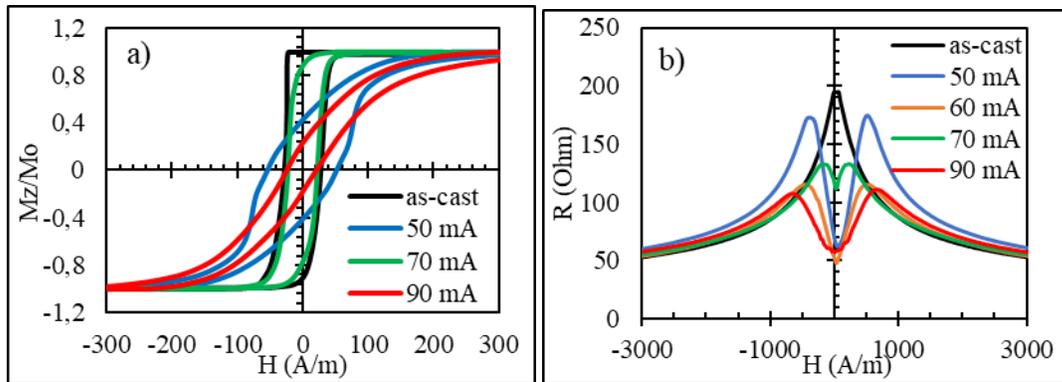


Рисунок 7 – Влияние токового отжига на форму петель гистерезиса (а) и поведение МИ (b) в аморфных микропроводах $Co_{71}Fe_5Si_{10}B_{11}Cr_3$ в исходном виде и после отжига разным током различной силы в течение 60 минут.

После токового отжига форма петель гистерезиса и кривых МИ для образца №1 трансформируется: петли гистерезиса становятся все более наклонными, а на кривых МИ появляются 2 пика (рис. 7а и 7b), что типично для циркулярной анизотропии. Циркулярная магнитная анизотропия обусловлена упорядочением атомных пар магнитным полем тока, если температура отжига меньше, чем температура Кюри. Для более подробной информации о влиянии токового отжига на магнитные свойства исследуемых образцов было исследовано влияние параметров токового отжига, таких как: время проведения отжига, сила тока, а также при разных комбинациях времени и силы тока при повторном отжиге.

Для использования этих образцов в качестве сенсорных элементов были исследованы поведение петель гистерезиса и МИ под действием механических напряжений. Как видно из рисунка 8а, при приложении механических нагрузок форма петель гистерезиса меняется. Так, в проводах, отожжённых током более 50 мА, заметное изменение петель гистерезиса начинается уже при нагрузках менее 100 МПа (сравните с рисунком 8а: для исходных проводов приложение нагрузки менее 500 МПа не приводит к значительным изменениям в поведении петли гистерезиса). Важность полученных результатов связана с возможностью формирования анизотропии, близкой к циркулярной, в проводах с положительной магнитострикцией, поскольку в них при

воздействии внешних растягивающих напряжений восстанавливается осевая анизотропия. Изменение магнитострикции под действием внешних напряжений представлено на рисунке 8б. Таким образом, мы получаем провода с положительной магнитострикцией и геликоидальной/циркулярной легкой анизотропией. Это открывает путь к получению микропроводниковых материалов с высоким стресс-чувствительным МИ эффектом.

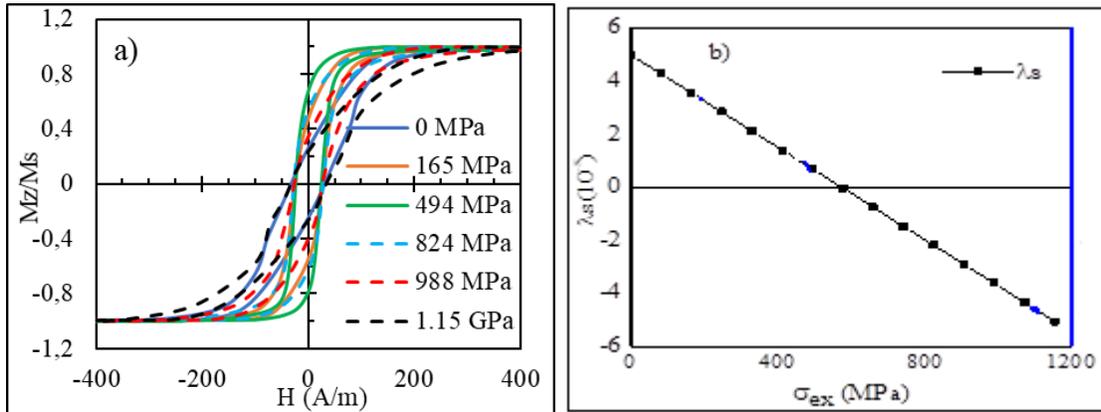


Рисунок 8 – Влияние растягивающего напряжения на формы петель гистерезиса (а) и значение константы магнитострикции (б) в аморфных микропроводах состава $Co_{71}Fe_5Si_{10}B_{11}Cr_3$ после токового отжига 50 мА в течение 60 минут.

Поведение кривых МИ под действием механических напряжений согласуются с процессом намагничивания проводов. В не отожжённых проводах под действием растягивающего напряжения наблюдается заметное изменение поведения МИ при $\sigma_{ex} > 300$ МПа, когда центральный пик расщепляется на два небольших симметричных пика (рис. 9а). Весьма большие изменения наблюдаются при напряжениях выше 500 МПа вследствие соответствующего изменения ориентации легкой оси анизотропии от аксиального к циркулярному направлению за счет увеличения модуля отрицательной константы магнитострикции. В отожженных проводах наблюдается немонотонное поведение МИ под действием растягивающего напряжения. При воздействии растягивающего напряжения (не более 280 МПа) графики МИ существенно изменяют свою форму от зависимости с двумя симметричными пиками к кривой с одним пиком, как показано на рисунке 9б. Увеличение растягивающего напряжения приводит к смене знака магнитострикции и вызывает обратную тенденцию преобразования поведения МИ, что хорошо согласуется с изменениями характера

анизотропии и вида петель гистерезиса, приведенных на рисунке ба для исходных проводов.

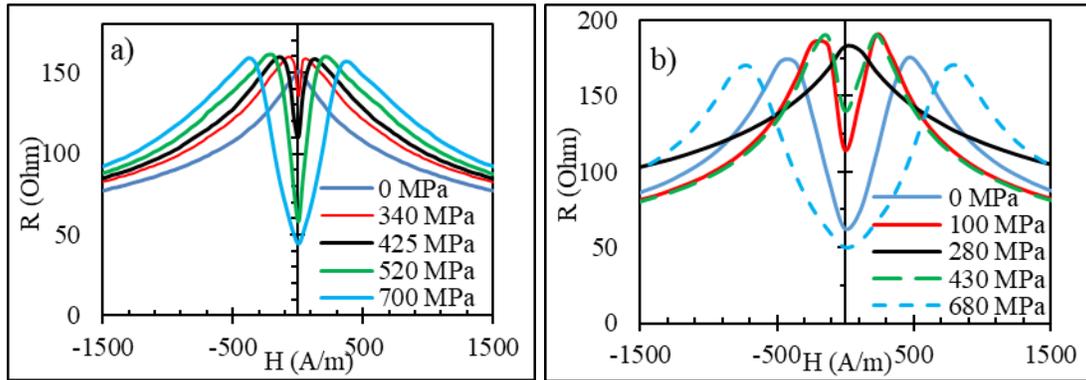


Рисунок 9 – Зависимость действительной части импеданса в аморфном микропроводе $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ от напряженности внешнего магнитного поля при разных значениях растягивающего напряжения: (а) в исходном виде и (б) после токового отжига 50 мА в течение 60 минут.

Зависимость импеданса от приложенных механических напряжений в отсутствии магнитного поля ($H = 0$) для проводов в исходном состоянии и после токового отжига значительно различаются, как видно из рисунков 9а и 9б. Для исходных проводов при $\sigma_{ex} < 300$ МПа изменение значения $Z(H = 0)$ небольшое, но при дальнейшем увеличении нагрузки отрицательная магнитострикция увеличивается по модулю, что сопровождается изменением направления легкой оси анизотропии и, следовательно, большими изменениям МИ. Для проводов, прошедших токовый отжиг, при нагрузках меньше 280 МПа наблюдается увеличение импеданса в отсутствии магнитного поля. В результате, в проводах после токового отжига достигнуто рекордное значение чувствительности к внешним механическим напряжениям в отсутствии магнитного поля, которая превышает 165 % при нагрузках $\sigma_{ex} < 100$ МПа, причем это реализуется без использования дополнительных магнитных полей (или токов) смещения.

Следует отметить, что термостабильность образцов после токового отжига сильно выросла, и в промышленном температурном диапазоне (20-85 °С) почти не наблюдаются изменения ни в поведении петель гистерезиса, ни кривых МИ.

Токовый отжиг также приводит к увеличению чувствительности амплитуд высших гармоник к σ_{ex} , причем значительные изменения возникают уже при $\sigma_{ex} <$

80 МПа, (рис. 10a и 10b). Как видно из рисунка 10 амплитуда 13-й гармоники при приложении нагрузки до 450 МПа растет и потом начинает уменьшаться, что согласуется с поведением петель гистерезиса отожжённых проводов под действием σ_{ex} . Была также изучена чувствительность отношений амплитуд гармоник к σ_{ex} , в частности, амплитуд 13- и 7 гармоник. Указанный параметр имеет очень высокую чувствительность к механическим напряжениям, что, как обсуждалось выше, очень важно для практических целей.

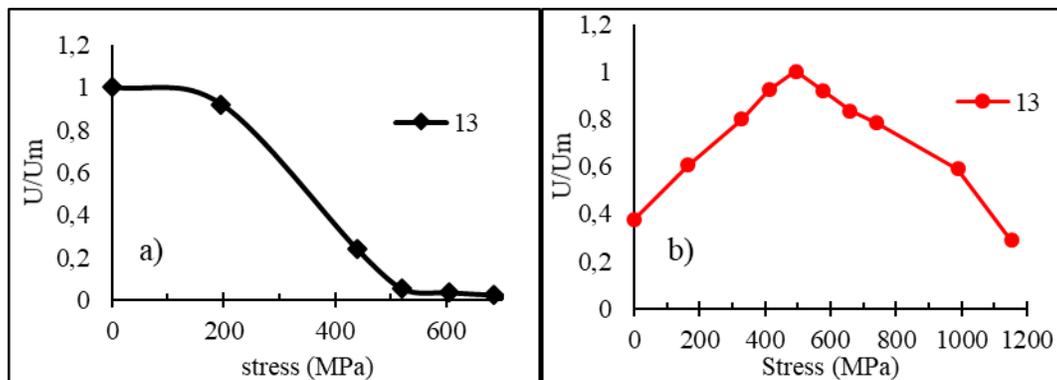


Рисунок 10 - Зависимость амплитуды высших гармоник от приложенного растягивающего напряжения для аморфного $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{11}\text{Cr}_3$ микропровода в исходном виде а); и после токового отжига 50 мА в течение 60 минут б).

В четвертой главе рассмотрены технологии изготовления и конструкция бесконтактного сенсорного элемента механических напряжений и считывающего устройства.

Для создания сенсора механических напряжений было предложено использовать зависимость амплитуд высших гармоник от внешних факторов. Как выше было изложено, при перемагничивании бистабильных микропроводов генерируется узкий сигнал напряжения, включающий гармоники высоких порядков. Согласно полученным результатам, в аморфных микропроводах с незначительной положительной магнитострикцией амплитуды высших гармоник зависят от внешних воздействий, включая механические нагрузки. Эта зависимость усиливается в результате токового отжига. Такие сенсорные элементы могут использоваться в качестве чувствительных элементов к механическим напряжениям внутри конструкций, изготовленных из различных материалов. Изменения в индуктивном спектре гармоник могут

представлять информацию о состоянии деформаций или механических напряжений внутри материалов, что трудно измерить иными способами.

Датчик механических напряжений, как и другие датчики, состоит из чувствительного элемента (ЧЭ) и вспомогательного устройства (рис. 11). ЧЭ преобразует величину измеряемого воздействия на сенсор в электрический сигнал, который пропорционален величине воздействия. Согласующее устройство, в свою очередь, обеспечивает согласование работы чувствительного элемента, стабилизацию режимов работы датчика и вывод информации пользователю. Оно может состоять из одной аналоговой части или из совмещённой аналогово-цифровой части.

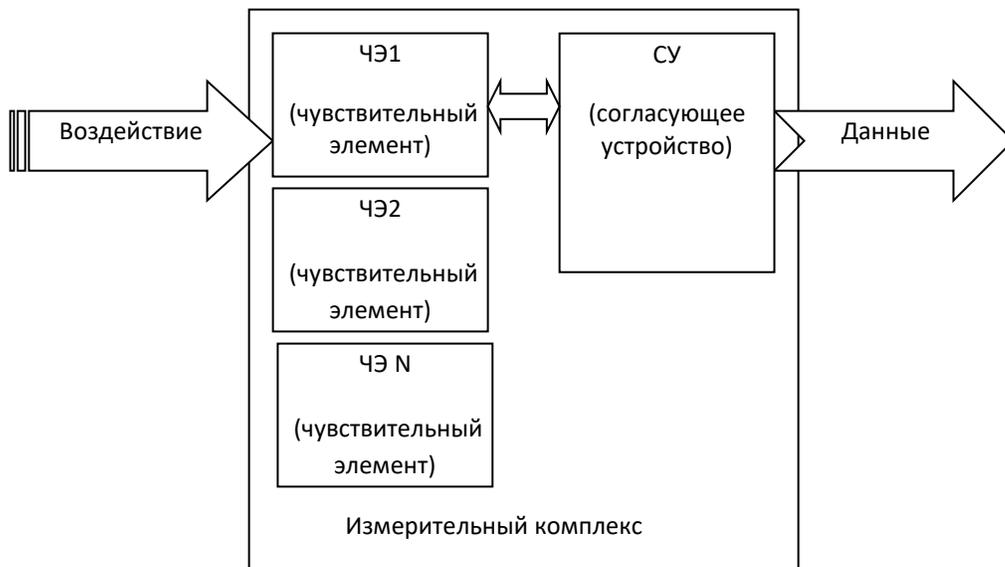


Рисунок 11 – Структурная блок-схема измерительного комплекса с ЧЭ.

На рисунке 12 условно показаны основные элементы измерительного комплекса.

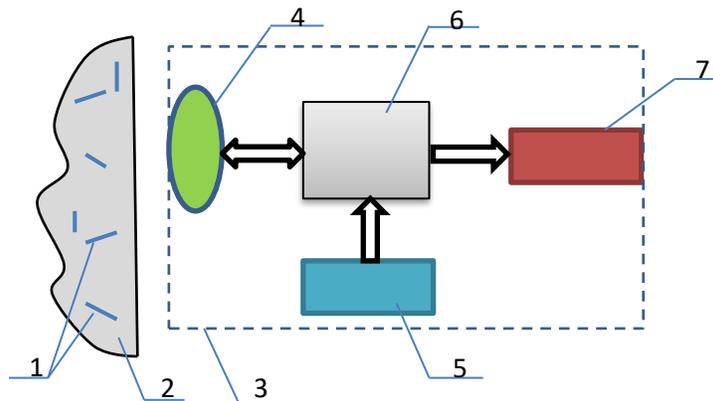


Рисунок 12 - основные элементы измерительного комплекса. 1-чувствительный элемент, 2-тело контролируемой конструкции, 3-считывающее устройство, 4-электромагнитные катушки, 5-электрохимический источник тока, 6-преобразующее устройство, 7-дисплей с устройством ввода.

Чувствительные элементы могут быть интегрированы в элементы конструкций и располагаются непосредственно в точке контроля физического параметра (механического напряжения). Для разработанного датчика расстояние от электромагнитной катушки считывающего устройства до чувствительного элемента не превышает 50 мм. При попадании чувствительного элемента в область магнитного излучения считывающего устройства чувствительный элемент при воздействии внешнего переменного магнитного поля начинает генерировать гармонический сигнал высших порядков, который регистрируется детектором считывающего устройства.

Чувствительным элементом датчика является микропровод состава $\text{Co}_{71} \text{Fe}_5 \text{Si}_{10} \text{B}_{11} \text{Cr}_3$ в исходном виде и прошедший термообработку токовым отжигом при плотности тока от 90 А/мм^2 до 185 А/мм^2 , что соответствовало температурам отжига в интервале $200 - 450 \text{ }^\circ\text{C}$, длительность отжига составляет от 5 до 60 минут.

Длина провода выбирается от 5 до 30 мм в зависимости от параметров среды во время интеграции.

Считывающее устройство состоит из электромагнитных катушек, электрохимического источника тока, преобразующего устройства, дисплея с устройством ввода (рис. 12). Область сканирования зависит от типа электромагнитных катушек и образует пятно диаметром от 10 до 50 мм. Электромагнитные катушки состоят из двух пар последовательно включенных катушек, выполненных на печатной плате. Печатная плата двусторонняя, толщиной 2,8 мм. Включение катушек подмагничивания - последовательное «начало-конец», включение детектирующих катушек - последовательное «конец-конец» (рис. 13).

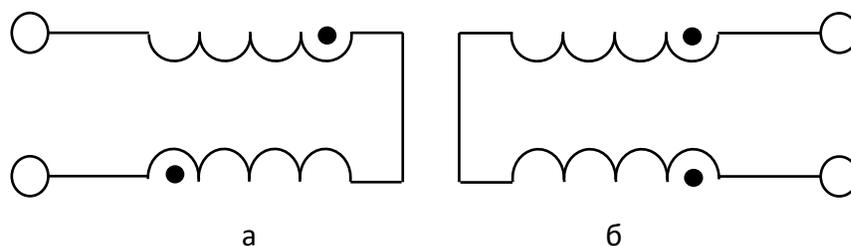


Рисунок 13 - схема включения катушек, а)- подмагничивающие, б)- детектирующие.

Конструкция интегрированных друг в друга катушек на печатной плате обеспечивает максимальную симметрию, что снижает паразитную ЭДС в детектирующей части, а также минимальную паразитную ёмкость и индуктивность, что позволяет работать на частотах до нескольких МГц (использовалась частота 3 МГц).

Преобразующее устройство формирует сигнал возбуждения, усиливает и преобразует аналоговый сигнал от детектирующих катушек, формирует информацию для вывода на дисплей. Блок-схема преобразующего устройства показана на рисунке 14.

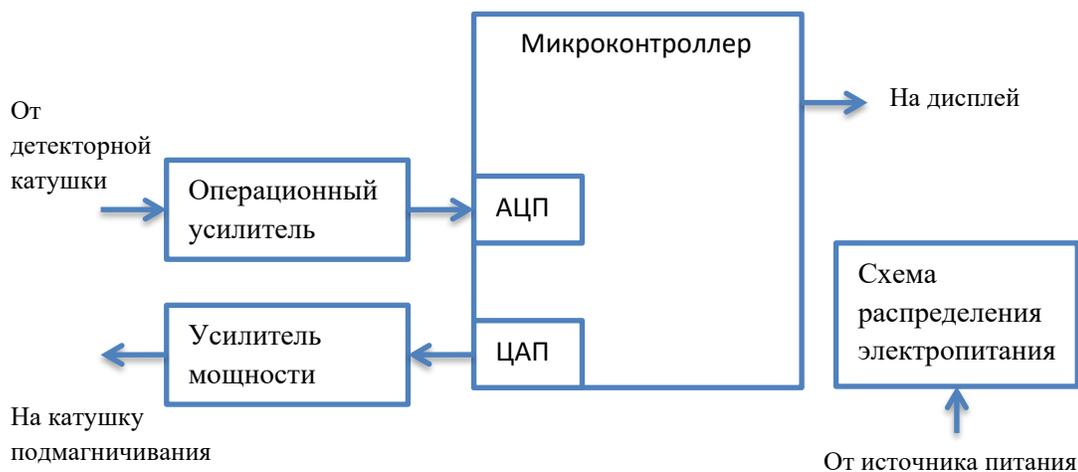


Рисунок 14 – Блок-схема преобразующего устройства.

Микроконтроллер при помощи встроенного цифро-аналогового преобразователя (ЦАП) и усилителя мощности управляет переменным магнитным полем, которое намагничивает чувствительный элемент. 12-ти битный ЦАП обеспечивает

коэффициент нелинейности не более 0,5%. Сигнал от детекторных катушек и через операционный усилитель поступает в быстрый аналогово-цифровой преобразователь (АЦП), оцифрованный сигнал микроконтроллер раскладывает в ряд Фурье, из которого в дальнейшую обработку передаются 13-ая и 15-ая порядковые составляющие. Разложение в ряд Фурье в реальном времени возможно при условии применения высокопроизводительных микроконтроллеров (например STM32). В диссертационной работе был приведен обзор микроконтроллеров и обоснование сделанного выбора. Поправка на расстояние до чувствительного элемента осуществляется за счёт вычисления разницы между ними. Далее по 15-ой гармонике происходит вычисление величины нагрузки механического воздействия на чувствительный элемент. Обработанные данные поступают для отображения на дисплей.

Основные результаты и выводы

1. Предложен токовый отжиг (ТО) микропроводов с удаленным контролем температуры для модификации их магнитных параметров и улучшения температурной стабильности (получен патент на изобретение (заявка №2018146148/28(077138), положительное решение от 11.04.2019). Разработанная методика отжига позволяет устанавливать нужную температуру (по отношению к температуре Кюри и температуре начала кристаллизации).
2. Проведены детальные исследования влияния токового отжига на наведенную анизотропию и магнитострикцию. Наведенная анизотропия изменяется немонотонно с увеличением температуры отжига. Она оказывается максимальной, если температура отжига на 50-100 градусов меньше, чем температура Кюри. При токовом отжиге происходит изменение магнитострикции, которая становится положительной. Максимальное изменение магнитострикции наблюдается при температурах отжига порядка температуры Кюри.
3. Изучено влияние механических напряжений на форму петли гистерезиса в аморфных микропроводах до и после токового отжига. Выявлено, что направление наведенной током циркулярной анизотропии в проводах с положительной магнитострикцией может измениться под действием механических напряжений. Это обуславливает

высокую чувствительность гармонического спектра сигнала индуцированного напряжения от внешних механических воздействий.

4. Изучено влияние механических напряжений на высокочастотный импеданс в аморфных микропроводах до и после токового отжига. Изменение направления легкой оси анизотропии обуславливает изменение формы зависимости импеданса от магнитного поля под действием растягивающих напряжений. В отсутствие дополнительных полей смещения достигнута рекордная чувствительность изменения импеданса- 260% на 280 МПа.

5. Разработана методика бесконтактного измерения механических напряжений, основанная на измерении амплитуд высших гармоник сигнала электрического напряжения, индуцированного при перемангничивании аморфных микропроводов, а также предложено использование соотношения амплитуд высших гармоник, что позволяет избавиться от проблем калибровки при измерении.

6. Разработан и собран стенд для проведения исследований влияния деформации и механических напряжений на процессы намагничивания в аморфных ферромагнитных микропроводах внутри композитных материалов. Разработана конструкция сенсора механических напряжений и программное обеспечение для описанного в работе сенсора. Программное обеспечение разбивает полученный сигнал на гармоники и позволяет выделить отношение амплитуд гармоник, которое необходимо для калибровки сенсора.

СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ:

1. A. Zhukov and V. Zhukova “Magnetic properties and applications of ferromagnetic microwires with amorphous and nanocrystalline structure”, Nova Science Publishers, New York (2009)
2. M. Vazquez, H. Chiriac, A. Zhukov, L. Panina and T. Uchiyama “On the state-of-the-art in magnetic microwires and expected trends for scientific and technological studies”, Phys. Status Solidi A. **208**, (2011) 493-501
3. J. Onufer, J. Ziman and M. Kladviová “Unidirectional effect in domain wall propagation observed in bistable glass-coated microwire”, J. Magn. Magn. Mater.

- 396**, (2015) 313-317
4. L. Panina and K. Mohri “Magneto-impedance effect in amorphous wires”, *Appl. Phys. Lett.* **65**, (1994) 1189-1191
 5. D.P. Makhnovskiy, V. Zamorovskii and J. Summerscales “Embedded ferromagnetic microwires for monitoring tensile stress in polymeric materials”, *Composites A* **61**, (2014) 216-223
 6. A. Dzhumazoda, L.V.Panina, A.M. Adam, N.A. Yudanov, et al “Temperature Effects on the Magnetoimpedance (MI) in Glass-coated Amorphous Wires”, *IEEE Trans. Magn.* **53**, (2017) №2003205
 7. V. Rodionova, M. Ilyn, M. Ipatov, V. Zhukova, N. Perov and A. Zhukov “Spectral properties of electromotive force induced by periodic magnetization reversal of arrays of coupled magnetic glass-covered microwires”, *J. Appl. Phys.* **111**, (2012) 07E735
 8. K. Chichay, V. Rodionova, V. Zhukova, S. Kaloshkin, M. Churyuknova and A. Zhukov “Investigation of the magnetostriction coefficient of amorphous ferromagnetic glass coated microwires”, *J. Appl. Phys.* **116**, (2014) 173904
 9. B. Gleich and J. Weizenecker “Tomographic imaging using the nonlinear response of magnetic particles”, *Nature* **435**, (2005) 1214
 10. P.I. Nikitin, P.M. Vetoshko, T.I. Ksenevich “New type of biosensor based on magnetic nanoparticle detection”, *J. Magn. Magn. Mater.* **311**, (2007) 445-449
 11. K. Mohri, H. Honkura, L.V. Panina, T. Uchiyama “Super MI Sensor: Recent Advances of Amorphous Wire and CMOS-IC Magneto-Impedance Sensor”, *J. Nanoscience and Nanotechnology* **12**, (2012) 7491-7495
 12. C. Herrero-Gómez, A.M. Aragón, M. Hernando-Rydings, P. Marín, and A. Hernando “Stress and field contactless sensor based on the scattering of electromagnetic waves by a single ferromagnetic microwire”, *Appl. Phys. Lett.* **105**, (2014) 092405
 13. J.M. Lopez-Higuera, L.R. Cobo, A.Q. Incera, A. Cobo “Fiber Optic Sensors in Structural Health Monitoring”, *J. Lightwave Technology* **29**, (2011) 587-608
 14. K. Peters “Polymer optical fiber sensors - a review”, *Smart Mater. Struct.* **20**, (2011) 013002-18
 15. A. Zhukov, J.M. Blanco and J. Gonzalez “Induced magnetic anisotropy in Co–Mn–Si–B amorphous microwires”, *J. Appl. Phys.* **87**, (2000) 1402
 16. М.Г. Неѣматов, Л.В. Панина, А. Джумъзода, Н.А. Юданов, А.Т. Морченко,

- М.А. Джураев, Магнитная анизотропия и сверхвысокочувствительный стресс-магнитоимпеданс в микропроводах с положительной магнитострикцией, Физика твердого тела **61**, (2019) 1463-1469
17. V. Zhukova, J.M. Blanco, M. Ipatov, M. Churyukanova, J. Olivera, S. Taskaev, A. Zhukov “Optimization of high frequency magnetoimpedance effect of Fe-rich microwires by stress-annealing”, Intermetallics **94**, (2018) 92-98
18. V. Zhukova, J.M. Blanco, M. Ipatov, M. Churyukanova, S. Taskaev & A. Zhukov “Tailoring of magnetoimpedance effect and magnetic softness of Fe-rich glass-coated microwires by stress- annealing”, J. Scientific Reports **8**, (2018) 3202

Результаты диссертации опубликованы в следующих основных работах:

1. **M.G. Nematov**, A.M. Adam, L.V. Panina, N.A. Yudanov, A. Dzhumazoda, A.T. Morchenko, D.P. Makhnovskiy and F. X. Qin, Magnetic anisotropy and stress-magnetoimpedance (S-MI) in current-annealed Co-rich glass-coated microwires with positive magnetostriction, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **474**, (2019) 296–300
2. **M.G. Nematov**, M.M. Salem, A. Adam, M. Ahmed, L.V. Panina and A.T. Morchenko, Effect of Stress on Magnetic Properties of Annealed Glass-Coated Co₇₁Fe₅B₁₁Si₁₀Cr₃ Amorphous Microwires, IEEE Transactions on Magnetics **53**, (2017) №2003106
3. **M.G. Nematov**, N.Y. Yudanov, R.A. Yakubtsev, L.V. Panina, A.V. Beklemisheva, A.T. Morchenko, A. Thakur, Stress Effects on Magnetic Properties of Amorphous Microwires Subjected to Current Annealing, EPJ Web of Conferences **185**, (2018) 04030
4. **М.Г. Неъматов**, М.М. Салем, У. Азим, М. Ахмат, А.Т. Морченко, Н.А. Юданов, Л.В. Панина, Влияние механических напряжений и отжига на магнитную структуру и магнитоимпеданс аморфных CoFeSiBCr микропроводов, Физика твердого тела **60**, (2018) 323-328
5. **М.Г. Неъматов**, Л.В. Панина, А. Джумъазода, Н.А. Юданов, А.Т. Морченко, , М.А. Джураев, Магнитная анизотропия и сверхвысокочувствительный стресс-

- магнитоимпеданс в микропроводах с положительной магнитострикцией, Физика твердого тела **61**, (2019) 1463-1469
6. М.М. Salem, **M.G. Nematov**, A. Uddin, L.V. Panina, M.N. Churyukanova and A. T. Marchenko, CoFe-microwires with stress-dependent magnetostriction as embedded sensing elements, Journal of Physics: Conf. Series **903**, (2017) 012007
 7. М.М. Салем, **М.Г. Немагов**, А. Уддин, Л.В. Панина, А.Т. Морченко, В.А. Скиданов, Использование аморфных ферромагнитных микропроводов в качестве встроенных сенсоров механических напряжений в функциональных материалах, Проблемы разработки перспективных микро- и нанoeлектронных систем (МЭС), Зеленоград №4, (2016) 207-214
 8. М.М. Салем, **М.Г. Немагов**, А. Уддин, С.В. Подгорная, Л.В. Панина, А.Т. Морченко, Использование аморфных ферромагнитных микропроводов в качестве встроенных сенсоров механических напряжений в функциональных материалах, Минск, Весці Нацыянальнай Акадэміі Навук Беларусі. Серыя Фізіка-Тэхнічных Навук №3, (2016) 98-104

Патенты

1. Прибор для проведения токового отжига микропроводов с удаленным контролем температуры (заявка №2018146148/28(077138), приоритет 25.12.2018, положительное решение от 11.04.2019). Юданов Николай Анатольевич, Панина Лариса Владимирована, Костишин Владимир Григорьевич, **Немагов Махсудшо Гайратович**, Джумъзода Абдукарим