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

На правах рукописи

Джумъазода Абдукарим

Разработка методов оптимизации термомагнитных свойств аморфных микропроводов и построение миниатюрных сенсоров на их основе

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

Диссертация 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»

Москва – 2019

Содержание

Введение 4

Глава 1. Краткий обзор литературы 10

1.1 Аморфные магнитные сплавы – влияние химического состава на основные магнитные параметры (магнитная анизотропия, магнитострикция, температура Кюри) 10

1.2 Аморфный микропровод, технология изготовления и магнитная структура 20

1.3 Эффект магнитной би-стабильности в аморфных микропроводах 25

1.4 Эффект магнитного импеданса 28

1.5 Влияние тепловой обработки на магнитные параметры аморфных сплавов 31

1.5.1 Изотермический отжиг 32

1.5.2 Токовый отжиг 35

1.6 Изменение магнитной структуры и МИ в результате нагрева (-20 –100 °C), температурная нестабильность 40

1.7 Области применения аморфных микропроводов 47

ГЛАВА 2. Экспериментальные методы измерения и модификации параметров аморфных микропроводов 52

2.1. Метод измерения магнитных свойств индуктивным измерителем ВН-метр 52

2.2 Экспериментальные методы исследования поверхностного импеданса 56

2.2.1 Физические принципы измерения тензора магнитного импеданса 56

2.2.2 Экспериментальный стенд для измерения тензора магнитоимпеданса 58

2.3. Метод определения температуры Кюри в аморфных микропроводах 60

2.4 Изотермический и токовый отжиг аморфных микропроводов 62

2.5 Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) 65

2.6 Методика измерения зависимости высших гармоник от температуры 65

ГЛАВА 3 Влияние температуры на магнитную структуру и МИ в аморфных микропроводах при T<<Tc 67

3.1 Механизмы влияния температуры на магнитную структуру и магнитоимпеданс при T<<Tc 67

3.2 Стабилизация магнитных свойств и МИ с помощью отжига 71

3.2.1 Термический отжиг 71

3.2.2 Отжиг с помощью тока 73

3.3 Влияние стеклянной оболочки на температурные зависимости магнитной анизотропии и МИ 76

ГЛАВА 4 Магнитный импеданс в аморфных микропроводах вблизи температуры Кюри Tc. 79

4.1 Поведение магнитного импеданса вблизи температуры Кюри 79

4.1.1 Теория 79

4.1.2 Эксперимент 81

4.2 Изменение температуры Кюри с помощью отжига 83

4.3 Влияние температуры на амплитуду высших гармоник 86
4.4. Разработка температурных сенсорных элементов 88
4.2.1 Чувствительный элемент 89
4.2.2 Считывающее устройство 90
Заключения 93
Результаты диссертации опубликованы в следующих основных работах: 95
Литература 97

Введение

Актуальность работы

Аморфные ферромагнитные микропровода (АФМ), в которых наблюдается эффект магнитоимпеданса (МИ) [1,2], представляют большой интерес для использования в миниатюрных сенсорных устройствах для измерения различных физических величин, включая сверхмалые магнитные поля. МИ зависит от магнитной микроструктуры и динамической восприимчивости, которые могут быть изменены не только с помощью внешнего магнитного поля, но и при воздействии механических напряжений и температуры [3-5]. Аморфные микропровода с относительно низкой температурой Кюри (T_c) недавно были предложены в качестве миниатюрных термочувствительных элементов для встраиваемых датчиков, работающих в промышленном температурном диапазоне от -40 до +85 С [6-7]. В частности, такие датчики очень востребованы для контроля композитного отверждения или воспалительных процессов в различных имплантатах. При приближении к температуре Кюри, T_c, фазового перехода ферромагнетик-парамагнетик все магнитные параметры: намагниченность насыщения, магнитная анизотропия, магнитострикция, коэрцитивная сила испытывают значительные изменения. В результате специфические магнитные эффекты, наблюдаемые в микропроводах, такие как магнитная бистабильность, быстрое переключение намагниченности и МИ демонстрируют очень большие изменения вблизи T_c. Изменение импеданса вблизи T_c может быть использовано для разработки датчиков температуры. При этом необходимо исследовать характер поведения МИ при приближении к T_c на различных частотах.

Температура Кюри аморфных сплавов на основе Fe и Co обычно находится в диапазоне 300-400 °C и является слишком высокой для применений в датчиках температуры. Следовательно, значение T_c должно быть снижено, что достигается изменением состава, например, добавлением Cr, Ni, Mo [8-9]. При этом необходимо сохранить необходимые магнитные свойства. Однако изменение температуры Кюри происходит скачком при добавлении различных элементов, например на 24-25 градусов при at% Cr. Возникает задача более плавного изменения T_c. В данной работе с целью тонкой настройки T_c был предложен отжиг микропроводов двух составов FeCoBSiCrMo и FeCoBSiNi с низкой температурой Кюри.

Термический отжиг в присутствии магнитного поля, который легко можно применить к АФМП или всему МИ сенсорному элементу, представляет большой технологический интерес для улучшения его температурной стабильности без изменения

его конструкции [10]. Однако отжиг может приводить к снижению чувствительности МИ [11]. Поэтому возникает задача улучшения стабильности сенсорного элемента при сохранении высокой чувствительности.

Основой устойчивого и надежного функционирования служит температурная стабильность магнитных свойств материала сенсорного элемента. В связи с этим в настоящей работе проводились исследования влияния условий отжига на температурную зависимость магнитных свойств микропроводов номинального состава $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}Mo_{1.69}B_{11.51}Si_{14.59}$, которые обладают чрезвычайно малой магнитострикцией в исходном состоянии и считаются перспективными для использования в приложениях, основанных на эффекте МИ.

Таким образом, исследование поведения импеданса вблизи температуры Кюри в аморфных проводах с низкой T_c, условий плавного изменения T_c, а также разработка методов температурной стабилизации МИ при сохранении высокой чувствительности являются актуальными задачами.

Цели и задачи. Целью данной работы являлась разработка методов модификации магнитных свойств аморфных микропроводов для применения в качестве температурных сенсорных элементов, а также принципов и технологии изготовления миниатюрных термочувствительных элементов для встроенных датчиков, работающих в промышленном температурном диапазоне.

Конкретные задачи работы заключались в следующем:

1. Оптимизация режимов токового отжига для улучшения температурной стабильности с сохранением высокой чувствительности МИ в аморфных сплавах с высокой T_c.
2. Исследование влияния термического отжига на температуру Кюри в аморфных микропроводах на основе сплавов FeCo с добавлением Cr и Ni, в которых возможно реализовать низкие T_c в промышленном интервале 40 - 80 С.
3. Исследование процессов намагничивания и МИ в аморфных микропроводах на основе сплавов FeCo с добавлением Cr и Ni вблизи температуры Кюри.
4. Разработка сенсоров температуры на основе изменения гармонического спектра, индуцированного при перемагничивании аморфных микропроводов, вблизи T_c.

Научная новизна работы:

В последнее время предпринимаются значительные усилия для развития методов локального контроля температуры в практически важном диапазоне 20-100 °C. В данной диссертационной работе предложены новые методы измерения температуры, основанные на изменении параметров перемагничивания и магнитоимпеданса вблизи T_c в аморфных микропроводах из сплавов с низкой T_c. Были предложены составы аморфных микроповодов, для которых свойство магнитной би-стабильности сохраняется вплоть до температуры Кюри. Сигнал напряжения, индуцированный в процессе перемагничивания, характеризуется высшими гармониками, амплитуды которых резко изменяются при подходе к T_c. Другая задача разработки магнитных сенсоров связана с формированием термостабильных магнитных свойств. В результате решения поставленных задач были получены следующие новые результаты:

- Предложен токовый отжиг (ТО) микропроводов с удаленным контролем температуры для модификации их параметров (получен патент на полезную модель). Данная методика наведения геликоидальной/циркулярной анизотропии в проводах с отрицательной магнитострикцией позволяет получить высокую температурную стабильность поведения МИ при сохранении высокой чувствительности изменения импеданса при воздействии слабого магнитного поля.
- Для плавного изменения температуры Кюри в сплавах с $T_c = 40 - 70℃$ были разработаны режимы отжига. В аморфных микропроводах состава $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ с исходной температурой $T_c = 61.5$ ℃ продемонстрировано изменение T_c в интервале 53,5 – 68 ℃ , а в микроапроводах состава $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ с температурой T_c = 48 ℃ - в интервале 48 – 72 ℃.
- Впервые были получены температурные зависимости магнитоимпеданса вблизи T_c в микропроводах на основе сплавов FeCo с добавлением Cr. При увеличении частоты (более 100 МГц) наблюдается монотонное уменьшение импеданса в нулевом поле при приближении к T_c. Такое поведение было объяснено теоретически, используя модель магнитной восприимчивости в проводах с осевой анизотропией.
- Проведено исследование температурных зависимостей гармонического спектра, генерируемого при перемагничивании аморфных микропроводов с низкой температурой Кюри (вблизи T_c) и продемонстрировано значительное изменение амплитуд высших гармоник вблизи T_c.
- Разработана методика бесконтактного измерения температуры, основанная на зависимости амплитуд высших гармоник от температуры, а также предложено использование отношения амплитуд высших гармоник, что позволяет проводить калибровку в процессе измерений.

Практическая значимость работы

- Разработана методика и оборудование для проведения токового отжига с удаленным контролем температуры, на основе полученных результатов получен патент на полезную модель.
- Получена зависимость высокочастотного импеданса от температуры вблизи температуры Кюри, что представляет интерес для разработки миниатюрныхдатчиков температуры.
- Разработана методика стабилизации температурных зависимостей и увеличения чувствительности МИ сенсорного элемента.
- Разработана методика контроля диапазона температур датчиков, работающих в промышленном температурном диапазоне путем термических обработок.

Основные научные положения, выносимые на защиту:

1. Токовый отжиг индуцирует температурно-стабильную циркулярную анизотропию в аморфных микропроводах состава $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}B_{11.51}Si_{14.59}Mo_{1.69}$, что обуславливает температурные изменения импеданса на МГц частотах менее 0,04 %/Э°С и рекордно высокую чувствительность к магнитному полю более 190 %/Э.
2. Термический отжиг микропроводов из сплавов $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ и $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ позволяет контролировать изменение температуры Кюри в диапазонах 53,5 – 68 ℃ и 48 – 72 ℃, соответственно.
3. Магнитоимпеданс (МИ) в аморфных микропроводах претерпевает существенные изменения вблизи температуры Кюри, причем поведение МИ вблизи T_c отличается для низких (меньше частоты ферромагнитного резонанса) и высоких частот, при этом на частотах более 100 МГц МИ аморфных микропроводов из сплава FeCoBSiCrMo с низкой температурой Кюри показывает монотонное уменьшение при подходе к T_c, что при нулевом магнитном поле составляет 3,5 %/℃.
4. Методика бесконтактного контроля температуры, основанная на сохранении свойства магнитной би-стабильности микропроводов из аморфных сплавов $(FeCr)_{12.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Mo_{0.08}$ при приближении к температуре Кюри, генерации высших гармоник в спектре сигнала электрического напряжения, возникающего при перемагничивании, и их резкого падения вблизи температуры Кюри.

Личный вклад автора

Автор принимал участие в выборе объектов исследования и постановке задач исследования, проводил исследования, анализировал полученные результаты и принимал участие в написании статей. Автором создана установка для проведения температурных измерений магнитного гистерезиса и МИ микропроводов. При участии автора проводились работы по улучшению технических характеристик устройства для проведения токового отжига с удаленным контролем температуры. Автор принимал непосредственное участие в разработке термических методов управления свойствами микропроводов, также под руководством автора были разработаны технология изготовления температурного чувствительного элемента.

Апробация работы

Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях: 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 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 Joint European Magnetic Symposia (JEMS2018) at the conference center Rheingoldhalle in Mainz, Germany from the 3rd to the 7th of September 2018; The International Magnetics 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; 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; «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (НМММ-XXIII), г. Москва, МИРЭА, от 30 июня - 5 июля 2018; 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 11 статей в научных международных и российских журналах, в том числе 8 статей в зарубежных журналах, входящих в базу WOS, 8 статьи в журналах из базы Scopus и 3 статьи в журналах, рекомендованных ВАК РФ. Получен один патент на полезную модель.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, 4-х глав, общих выводов, списка публикации по теме диссертации и списка используемой литературы. Вся работа изложена на 106 страницах и содержит 2 таблицы и 62 рисунков. Список используемой литературы включает 149 наименований.

Глава 1. Краткий обзор литературы

Первая глава диссертации представляет собой литературный обзор, связанный с тематикой диссертации. В литературном обзоре рассмотрены методы получения аморфных микропроводов, влияние химического состава на основные магнитные параметры (магнитная анизотропия, магнитострикция, температура Кюри). Приведено влияние термообработки на структурные и магнитные свойства микропроводов и рассмотрены методы температурной стабилизации.

1.1 Аморфные магнитные сплавы – влияние химического состава на основные магнитные параметры (магнитная анизотропия, магнитострикция, температура Кюри)

Основные тенденции развития инженерных материалов обусловлены, в первую очередь, быстро растущими потребностями в материалах, применяемых для конкретных актуальных задач микроэлектроники. Один из самых обширных подклассов функциональных материалов, используемый в микроэлектронике, – это магнитомягкие материалы, со значениями коэрцитивного поля менее 1000 А/м и высокой намагниченностью насыщения [12–18]. Типичными примерами магнитомягких материалов являются, в частности, аморфные и нанокристаллические сплавы на основе железа и кобальта [19–22].

Первые аморфные «ленты», толщиной в несколько десятков микрон, были получены в виде тонких слоев методом быстрого охлаждения (скорость охлаждения ~ 10^6 К/с) жидкого сплава при контакте с поверхностью вращающегося теплопроводного медного цилиндра [23,24]. Размеры ленточных сплавов и, в частности, неоднородность толщины по длине вытягиваемых «лент», что является существенным недостатком при создании элементов электроники на их основе, требовали поиска новых методов производства аморфных материалов, несмотря на универсальность данного метода при изготовлении аморфных структур с различным химическим составом.

Благодаря значительному снижению минимальных размеров сплавов, которые могут быть получены при сохранении хороших магнитных свойств, возможности применения аморфных материалов значительно расширились [25–32]. В настоящее время существует много способов получения аморфных материалов; достигнутые скорости охлаждения отличаются. Методы, облегчающие производство массивных аморфных сплавов,

представляют особый интерес, примерами которых являются методы, известные как «литье под давлением» [33,34].

Для получения поликристаллических слитков используют пятиграммовые партии высокочистых сплавов состава: $Fe_{61+x}Co_{10-x}Y_8W_1B_{20}$ (где x = 0, 1 или 2), соответствующие критериям А. Иноуэ.

Метод всасывания позволяет получать аморфный сплав с размерами более десятков микрон. Схема всасывающего метода приведена на рисунке 1.1.

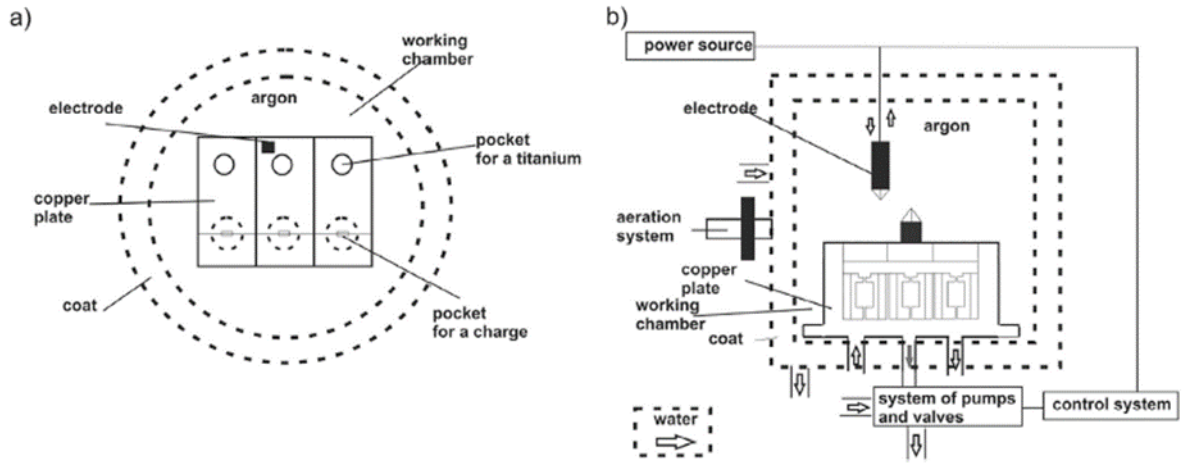

Рисунок 1.1 - Принципиальные схемы аппарата для производства массивных аморфных материалов методом литья под давлением (методом всасывания). а) вид сверху, б) вид сбоку.

После получения сплава, который плавится с использованием электрической дуги, всасывающий клапан освобождается, а расплавленный сплав втягивается в медную форму водяным охлаждением. Затвердевание сплава происходило с относительно низкой скоростью охлаждения (порядка 10^3 К/с), но достаточной для формирования аморфной структуры. В имеющейся конфигурации аппарата для производства материалов методом литья под давлением было возможным выполнение нескольких отливок одновременно.

Другой метод, который используется для получения массивных аморфных материалов, это метод «литья под давлением», упомянутый ранее. Быстрое охлаждение сплава осуществляли с использованием медной формы, помещенной в медный блок, который охлаждали непрерывным потоком воды. Слиток помещался в кварцевый капилляр, который в свою очередь крепился к рабочей камере устройства. Рабочая камера была подготовлена аналогично, как и при производстве поликристаллического слитка. После того, как вакуум был восстановлен, аргон был введен в камеру, где проводился

процесс плавления. Слиток, расположенный в кварцевом капилляре, плавился с помощью вихревого нагрева и после получения соответствующей консистенции сплава впрыскивается в охлаждаемую водой медную форму (скорость охлаждения 10^3 К/с). Установленная скорость охлаждения достаточна для получения сплавов на основе железа и бора. Сплавы были получены в виде прямоугольных пластин различных размеров; в описанном случае: ширина 5 мм, длина 10 мм и толщина 0,5 мм.

Структуру полученного материала, представленного в виде частиц, исследовали с помощью рентгеновского дифрактометра “Bruker Advanced 8”. Дифрактометр был оснащен лампой CuKα и полупроводниковым счетчиком. Структура была испытана под углом 2° от 30° до 100°, облучая образец в течение 7 с на шаг измерения с разрешением 0,02°.

Магнитные свойства быстро охлаждаемого сплава могут быть исследованы с помощью магнитных весов Фарадея и вибрационного магнитометра. Магнитные весы позволяют проводить измерения при температуре до 850 К. Полученные результаты позволили оценить термостабильность магнитных свойств и определить температуру Кюри сплавов. Измерения с использованием вибрационного магнитометра «Lake Shore» проводились во внешнем магнитном поле до 1,7 Тл. Полученные результаты были использованы для определения намагниченности насыщения и поля коэрцитивности исследуемых жаропрочных сплавов.

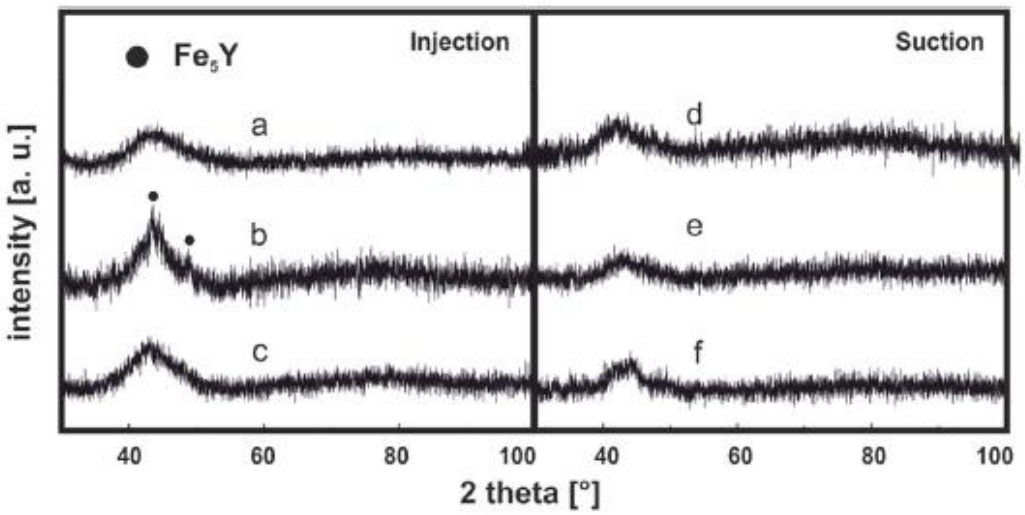

Рисунок 1.2 - Рентгенограммы для сплава в виде порошка, изготовленного из пластин толщиной 0,5 мм. a) и d) $Fe_{61}Co_{10}Y_8W_1B$, b) и e) $Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$, c) и f) $Fe_{63}Co_8Y_8W_1B_{20}$

На рисунке 1.2 представлено изменение рентгеновских дифрактограмм быстро охлажденных сплавов, изготовленных в виде порошков, в зависимости от метода литья и концентрации кобальта.

В случае отлитого под давлением образца сплава $Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$ дифракционные отражения, связанные с существованием дальнего упорядочения между атомами в объеме исследуемого сплава, были видны вблизи 2-тета-углов 44 и 50°. На основе анализа с использованием базы данных «COD» (с помощью программного обеспечения «Match!») было показано, что эти отражения происходят от кристаллической фазы Fe_5Y. Фаза Fe_5Y образуется в результате распада высокотемпературной фазы $Fe_{17}Y_2$. Этот распад происходит при температуре 1173 К; вторым продуктом разложения является фаза α-Fe [35]. Хотя проведенные испытания не подтверждают существование Fe_5Y в полученных образцах, из-за разрешения рентгеновского аппарата, нельзя исключать его остаточное присутствие в объеме сплава $Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$.

На остальных дифракционных картинах (рисунок 2, a, c, d, e, f) наблюдается только один широкий нечеткий максимум дифракции, что характерно для материалов, в которых между атомами нет дальнего упорядочения. Этот максимум имеет место в диапазоне угла 2θ: 35° – 55°, что может указывать на то, что кристаллографические системы, в которых основным компонентом является железо, будут предпочтительными в атомных системах, которые образуются.

Структура полученных сплавов была также исследована косвенным методом с использованием магнитных весов Фарадея. В результате данного анализа этот тест дал возможность для оценки качества структуры в диапазоне до 850 К. Кроме того, при анализе измерений кривых магнитной поляризации в зависимости от температуры, можно определить температуру перехода ферромагнитного состояния в парамагнитное. На рисунке 1.3 представлены кривые приведенной поляризации магнитного насыщения в зависимости от температуры в однородном магнитном поле с интенсивностью 0,7 Тл. Эти кривые были измерены в двух температурных направлениях (нагрев: от комнатной температуры до 850 К и охлаждение: от 850 К до комнатной температуры). Нагрев катушки бифилярной обмотки печи сопротивления проводился измерительной картой со скоростью 10 К/с, тогда как охлаждение системы осуществлялось естественным путем.

Все кривые $(\mu_0 M_s)^{(1/\beta)}$ оказались одинаковыми как в процессах нагрева, так и охлаждения. Однако следует отметить, что при нагреве образцов материал был частично релаксированы, что сказывается на небольшом изменении кривой возврата $(\mu_0 M_s)^{(1/\beta)}$. На основании анализа кривых, показанных на рисунке 1.3, можно сделать вывод, что в

испытанных образцах до 850 К имеется магнитная фаза, находящаяся в аморфном состоянии.

Одним из основных параметров магнитных материалов, который определяет их применение, в частности при изготовлении сердечников, является температура Кюри. Температура Кюри определяет диапазон рабочих температур ферромагнитного материала.

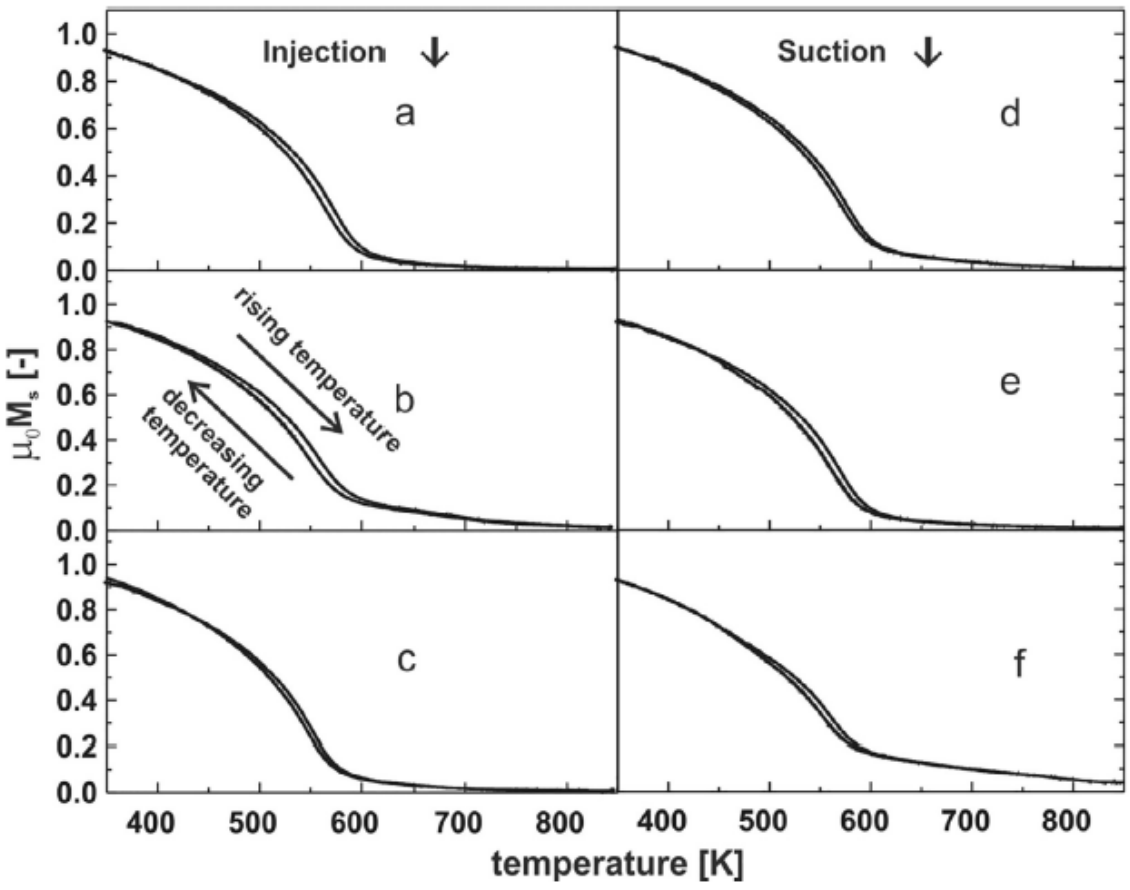

Рисунок 1.3 – Поляризация магнитного насыщения как функция температуры. a) и d) $Fe_{61}Co_{10}Y_8W_1B_{20}$, b) и e) $Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$, c) и f) $Fe_{63}Co_8Y_8W_1B_{20}$

Установлено, что все изготовленные сплавы характеризуются высокой термомагнитной стабильностью. На это указывают одинаковые формы волны поляризации магнитного насыщения, измеренные в направлении повышения и понижения температуры.

В тестируемом диапазоне температур температура Кюри кристаллической фазы, идентифицированной по результатам дифракционной рентгенографии, не может быть установлена, так как она находится вне диапазона измерений.

Температура Кюри сплавов исследуемых образцов была определена по кривым $(\mu_0 M_s)^{(1/\beta)}$, приведенных на рисунке 1.4, где критический фактор β равен 0,36

Было установлено, что температура Кюри сплавов, полученных методом инжекции, на несколько градусов Кельвина ниже, чем для образцов, изготовленных методом всасывания. В таблице 1.1 представлены определенные значения температуры Кюри для аморфных сплавов, полученных обоими способами.

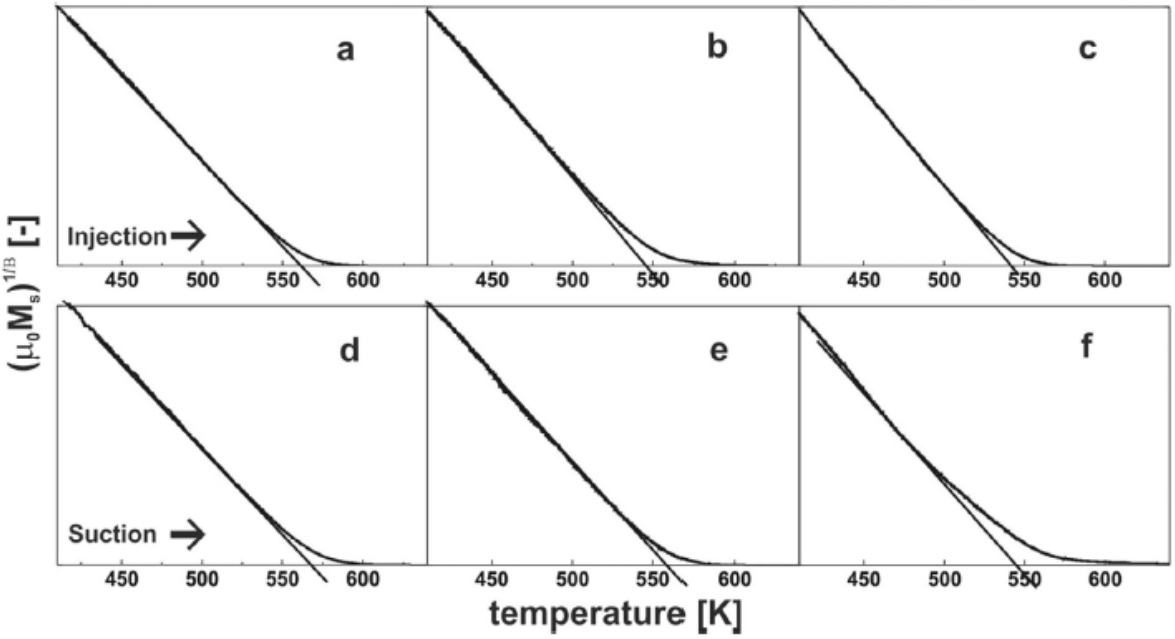

Рисунок 1.4 – Температуры Кюри для исследованных сплавов. a) и d) $Fe_{61}Co_{10}Y_8W_1B_{20}$, b) и e) $Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$, c) и f) $Fe_{63}Co_8Y_8W_1B_{20}$

Как и ожидалось, уменьшение содержания кобальта в сплаве снижает значение температуры Кюри. Данная тенденция характерна для слитков, изготовленных обоими методами. Важно отметить, что при рассмотрении в рамках одного химического состава температура Кюри сплавов, изготовленных по методу всасывания, выше, чем изготовленных по методу впрыскивания.

Петли статического магнитного гистерезиса, приведенные на рисунке 1.5, имеют идентичное поведение для всех сплавов, особенно для $Fe_{61}Co_{10}Y_8W_1B_{20}$ и $Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$. В случае сплава $Fe_{63}Co_8Y_8W_1B_{20}$, полученного с использованием двух разных методов, можно сделать вывод, что обе петли статического магнитного гистерезиса имеют так называемую «осиноподобную» форму [36]. Видимое расширение петли статического магнитного гистерезиса в области «приближения к ферромагнитному насыщению» связано с изменением магнитной структуры и образованием твердой магнитной фазы.

Наличие этой фазы на начальной стадии ее роста (т.е. с остаточным объемом исследуемого образца) не вносит существенного вклада в величину коэрцитивного поля. Однако, несмотря на это, сплав $Fe_{63}Co_8Y_8W_1B_{20}$, по-прежнему, относится к группе магнитомягких сплавов [37].

По сравнению с другими исследованными сплавами значение коэрцитивного поля для сплава $Fe_{63}Co_8Y_8W_1B_{20}$ увеличилось в несколько раз. Небольшое изменение доли железа и кобальта в аморфном сплаве имеет большое влияние на значения коэрцитивного поля. В случае этих литьевых или литейных сплавов увеличение содержания железа - за счет содержания кобальта - приводит к сопутствующему увеличению значения коэрцитивного поля. Исключением из этого правила был образец сплава $Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$, который был изготовлен прессованием, для которого было определено значение коэрцитивного поля 33 А/м. Здесь следует обратиться к рисунку 2b, на котором видны узкие пики кристаллических фаз, которые влияют на снижение значения коэрцитивного поля [38]. Согласно литературным данным, улучшение магнитных свойств в аморфных сплавах может быть достигнуто путем частичной нанокристаллизации в результате термической обработки [39]. Другим методом улучшением свойств может быть одностадийная нанокристаллизация, разработанная в процессе производства образцов [40]. В случае мелких нанокристаллических зерен размером менее 50 нм в сплавах на основе железа поток доменных стенок в объеме образца происходит без их блокировки, что значительно снижает потери от петли гистерезиса. Это означает, что для такого сплава поверхность петли гистерезиса в начале системы M-H будет меньше, что согласуется с полученным результатом (рисунок 5b). Напротив, намагниченность всех полученных сплавов, независимо от способа изготовления, является относительно высокой и составляет более 1 Тл.

Таблица 1.1 Температура Кюри для выпускаемых сплавов.

Сплав	Инжекции [9]	Всасывания
	Температура Кюри [K]	
$Fe_{61}Co_{10}Y_8W_1B_{20}$	561	568
$Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$	549	557
$Fe_{63}Co_8Y_8W_1B_{20}$	541	545

Представлены результаты анализа петель статического магнитного гистерезиса и кривых первичной намагниченности, т.е. H_c, M_s и K_{eff}. в таблице 1.2. Также стоить

заметить, что с ростом в составе кобальта увеличивается эффективная анизотропия, но не хватка железа понижает остальные магнитные свойства.

Таблица 1.2

Сплав	Метод литья	M_s [T]	H_c [A/m]	K_{eff} [kJ/m^3]
$Fe_{61}Co_{10}Y_8W_1B_{20}$	Инжекции	1,11	71	78,7
	Всасывания	1,14	61	77,6
$Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$	Инжекции	1,09	33	75,9
	Всасывания	1,21	159	75,7
$Fe_{63}Co_8Y_8W_1B_{20}$	Инжекции	1,10	241	74,1
	Всасывания	1,13	223	73,3

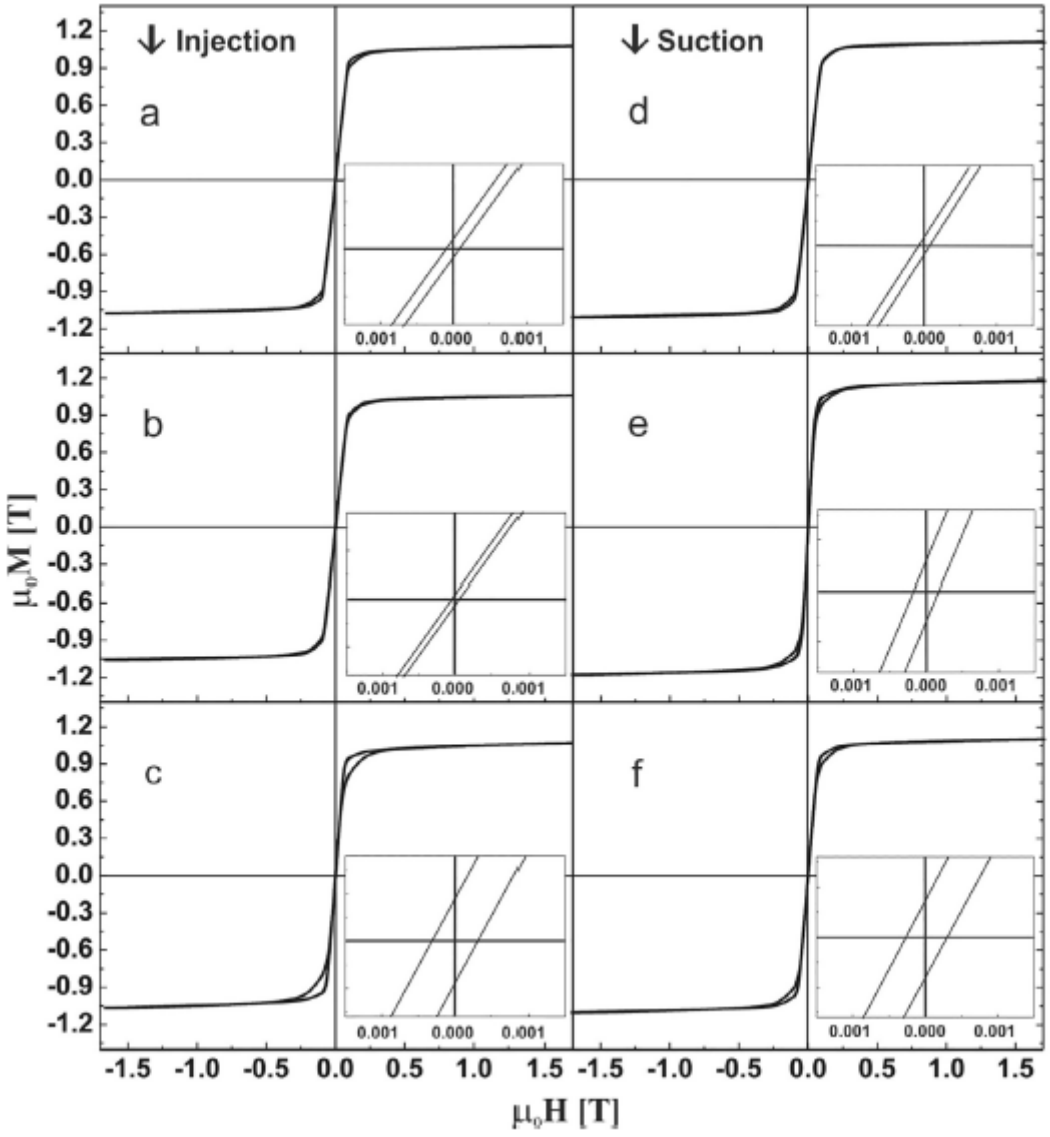

Рисунок 1.5 – Петли статического магнитного гистерезиса для сплава:метод инжекции: a) $Fe_{61}Co_{10}Y_8W_1B_{20}$, b) $Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$, c) $Fe_{63}Co_8Y_8W_1B_{20}$ и метод всасывания: d) $Fe_{61}Co_{10}Y_8W_1B_{20}$ e) $Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$, f) $Fe_{62}Co_9Y_8W_1B_{20}$, f) $Fe_{63}Co_8Y_8W_1B_{20}$

На рисунке 1.6 суммированы изменения поляризации насыщения J_s и константы магнитострикции насыщения λ_s аморфных сплавов в зависимости от концентраций Fe, Co и Ni.

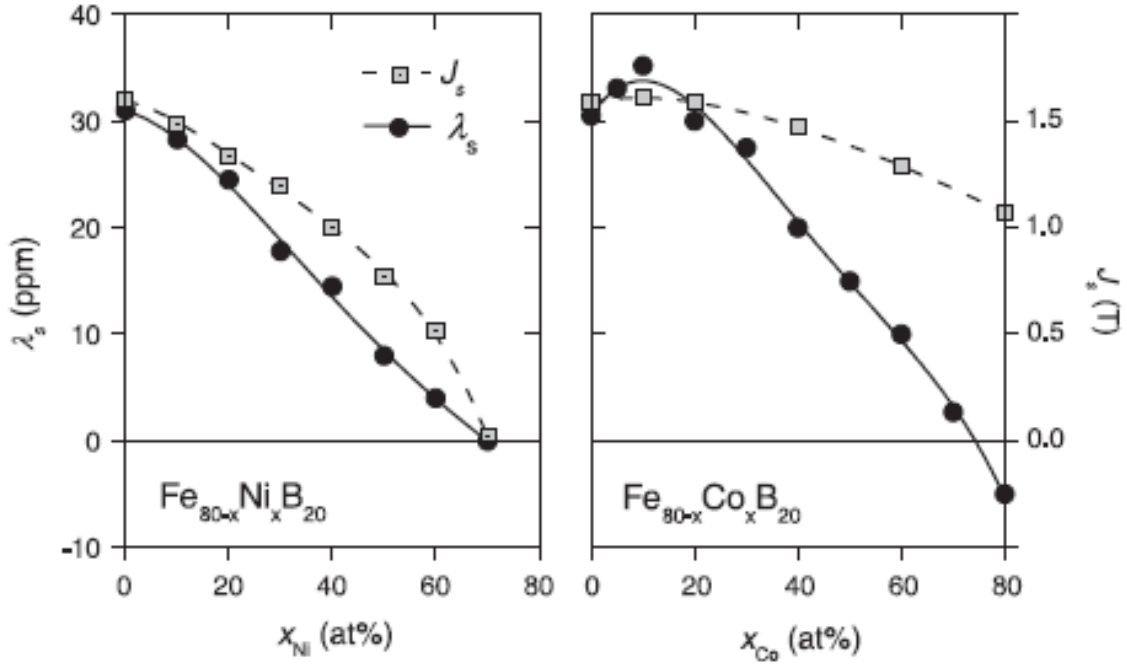

Рисунок 1.6 – Магнитострикция насыщения λ_s (полные линии) и намагниченность насыщения J_s (пунктирные линии) в аморфных сплавах на основе Fe-Ni и Fe-Co.

Поляризация насыщения J_s наиболее высока в сплавах, богатых железом, и уменьшается с увеличением содержания Ni и Co. Обычно она ниже, чем в кристаллических сплавах, из-за добавления немагнитных Si и B, необходимых для образования стекла. Максимум J_s, наблюдаемый для кристаллических сплавов Fe-Co, лишь слабо развит и смещен в сторону, богатую железом.

Для сплавов с высоким содержанием железа магнитострикция насыщения λ_s положительна, как правило, $\lambda_s \approx (20 - 40)\ 10^{-6}$, в то время как для сплавов с высоким содержанием Co λ_s отрицательна, как правило, λ_s порядка $-(3 - 5)\ 10^{-6}$. Близкие к нулю константы магнитострикции возможны в сплавах на основе Co-Fe или Co-Mn при малых концентрациях железа или марганца, составляющих около 3–8 ат.% [41-42]. Уменьшение λ_s с увеличением содержания Ni коррелирует с одновременным уменьшением поляризации насыщения ($|\lambda_s| \propto J_s^2$). Таким образом, видимое исчезновение λ_s при высоком содержании Ni происходит только потому, что система стремится к парамагнитному состоянию.

Аморфные материалы обычно делятся на две основные группы в зависимости от их магнитострикции: сплавы на основе Fe или Co, соответственно. Аморфные сплавы на основе Fe основаны на недорогом сырье, имеют высокую намагниченность насыщения, но их магнитострикция в значительной степени ограничивает их магнитно-мягкие свойства. С другой стороны, аморфные сплавы на основе Co с небольшими добавками Fe или Mn обнаруживают почти нулевую магнитострикцию. Соответственно, они могут обеспечивать превосходное магнитомягкое поведение, но их намагниченность насыщения значительно ниже, чем у материалов на основе Fe.

Помимо металлических компонентов, магнитные свойства также в значительной степени определяются содержанием металлоида. Эффект незначителен в сплавах на основе Fe, но очень выражен в системах на основе Co. На рисунке 1.7 приведен пример близких к нулю магнитострикционных сплавов на основе Co [43]. Поляризация насыщения до 1,2 Тл может быть достигнута в сплавах на основе Co путем снижения содержания металлоида ниже примерно 20 ат.%. Однако эти сплавы с высоким значением J_S находятся близко к границе образования стекла и показывают относительно низкую температуру кристаллизации T_{cr}, что в то же время снижает термостабильность магнитных свойств.

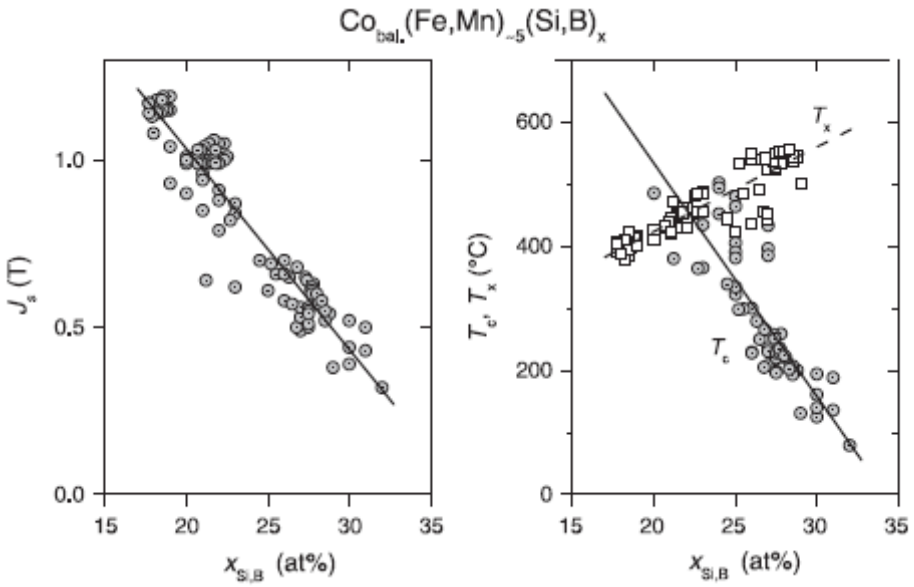

Рисунок 1.7 – Намагниченность насыщения J_s, температура Кюри T_c и температура кристаллизации T_{cr} близких к нулю магнитострикционных сплавов на основе Co в зависимости от общего содержания металлоидов [43].

1.2 Аморфный микропровод, технология изготовления и магнитная структура

Аморфные магнитные материалы, привлекающие пристальное внимание исследователей в последние несколько десятилетий благодаря необычному сочетанию магнитных свойств (высокой магнитной проницаемости, гигантского магнитоимпеданса, эффекта МИ и быстрой подвижности доменных стенок), а также высоких механических характеристик (пластичность, гибкость), хорошо подходят для многих технических применений, таких как, магнитные датчики, магнитные запоминающие устройства и элементы логики, трансформаторы и т. д. [44]. Специфические качества аморфных материалов во многом объясняются их строением, характеризующимся отсутствием дальнего порядка, естественной магнитокристаллической анизотропии и связанных с ними кристаллографических и морфологических дефектов и неоднородностей. Основной интерес к аморфным магнетикам связан с возможностью получать их в магнитомягком состоянии непосредственно в технологическом процессе быстрой закалки из расплава без дополнительной последующей термической обработки. При этом весьма важно, что способ приготовления, включающий является довольно быстрым и недорогим [45].

Производство металлических микропроводов в стеклянной оболочке в настоящее время достигается методом вытягивания из расплава металлической основы в стеклянном капилляре. Основная идея метода была первоначально предложена Тейлором (1924) и усовершенствована Улитовским (1932) и Пархачевым (1966) [52]. На рисунке 1.8 приведена принципиальная схема указанного способа. Он заключается в быстром вытягивании смягченного стеклянного капилляра, в котором захвачен расплавленный металл. Капилляр вытягивается с конца стеклянной трубки, содержащей расплавленный сплав. Ранее металлическая таблетка из лигатуры, приготовленная путем индукционной плавки чистых элементов, помещалась внутри стеклянной трубки с герметичным концом, а затем сплав расплавлялся высокочастотным полем индукционной катушки. При этом размягчался и кончик стеклянной трубки. В результате вокруг капли расплавленного металла имеется мягкий стеклянный колпачок, который позволяет вытягивать капилляр. Пониженное давление (~ 50 – 200 Па) атмосферы инертного газа внутри стеклянной трубки предотвращает окисление металла и обеспечивает также стабильные условия вытягивания из расплава за счет применения принципа левитации в сочетании с индукционным нагревом. Чтобы обеспечить непрерывность процесса, используется равномерная скорость подачи стеклянной трубки, составляющая от 0,5 мм*мин$^{-1}$ до 10 мм*мин$^{-1}$. Высокая скорость охлаждения, необходимая для получения аморфной структуры (между 10^5 К*с$^{-1}$ и 10^6 К*с$^{-1}$), достигается охлаждением только что

сформированного провода струей воды, расположенной на ~1 см ниже высокочастотной индукционной катушки [46].

Успешное изготовление высококачественных непрерывных элементарных проводов с заданными геометрическими параметрами по методике Тейлора критично зависит от выбора типа исходных материала и технологических факторов, обобщение которых приводится ниже.

Для изготовления микропроводов решающее значение имеет выбор материалов. В случае аморфных металлических сплавов используемый состав должен соответствовать составу стекла. Хорошо известно, что благоприятные условия для образования стекла обеспечиваются при использованиии составов, у которых жидкость относительно стабильна по сравнению с кристаллическими фазами. Эта относительная стабильность также коррелирует с размерами атомных частиц в сплаве [76].

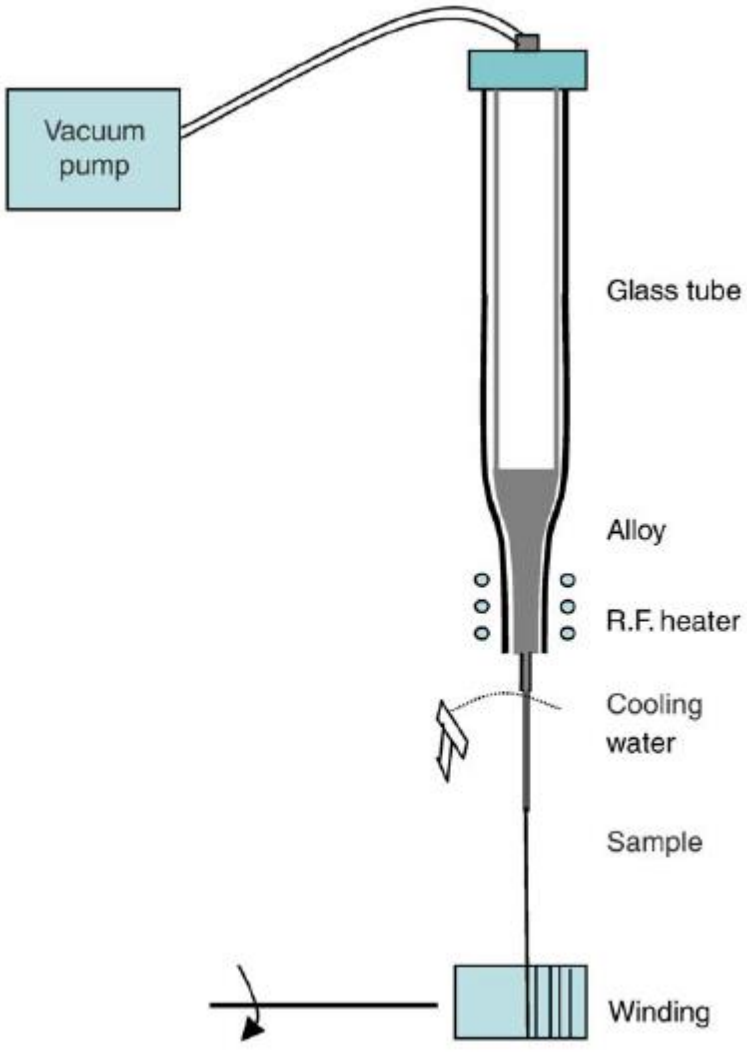

Рисунок 1.8 – Принципиальная схема метода Тейлора-Улитовского [47]

После того, как состав сплава жилы выбран, необходимо также подобрать качественный тип стекла, чтобы обеспечить надлежащее взаимодействие между покрытием и сердцевиной провода. Оно должно быть совместимо с металлом или сплавом при температуре вытяжки, чтобы избежать, насколько это возможно, химической реакции между стеклом и металлом. Рабочая (вытяжная) температура стекла должна быть выше, чем температура плавления используемого металла или сплава, но ниже температуры его кипения и ниже температуры, при которой давление паров металла становится достаточно высоким, чтобы нарушить процесс. Вязкостно-температурное поведение стекла должно позволять легко вытягивать волокно в интересующем диапазоне температур, а его температура кристаллизации должна быть выше рабочей температуры.

Коэффициент теплового расширения стекла должен соответствовать или быть немного меньше, чем у интересующего металла или сплава. Вязкость стеклянного покрытия должна достигать достаточно высокого значения, при котором дальнейшее растяжение во время волочения не может произойти до того, как металлическая жила затвердеет. В противном случае, если сердцевина сплошная и покрытие продолжает расширяться, начинается разрушение металла, в результате чего сердечник получается с разрывами.

Поскольку в процессе вытягивания проволоки по Тейлору используется стекло в форме трубок с одинаковыми размерами, то на практике выбор конкретных составов стекла строго ограничен из-за малого числа предложений марок, изготавливаемых промышленнлостью. Это ограничивает выбор боросиликатных композиций стеклами типа Pyrex или плавленого кварца.

Как будет сказано ниже, за магнитное поведение микропровода в основном отвечают два структурно-геометрических фактора: микроструктура металлического сердечника и отношение радиуса металлического сердечника к общему радиусу микропровода $\rho = R_m/R$ (рисунок 1.9). Эти микроструктурные и геометрические факторы могут контролироваться условиями производственного процесса. Хороший контроль температуры плавления позволяет получать аморфные и частично нанокристаллизованные образцы проводов. По-видимому, наиболее важным фактором, определяющим диаметр сердцевины провода, является скорость вытягивания: чем выше скорость, тем меньше получаемая толщина волокна. Другим важным фактором является уровень вакуума. На практике толщина металла косвенно контролируется измерительным устройством на основе излучающей и приемной антенн, которое воздействует на вакуумный насос, когда обнаруживаются отклонения диаметра металла. Толщина стеклянного покрытия зависит, главным образом, от скорости подачи стеклянной трубки,

но также в меньшей степени зависит от толщины используемой стеклянной трубки и скорости намотки.

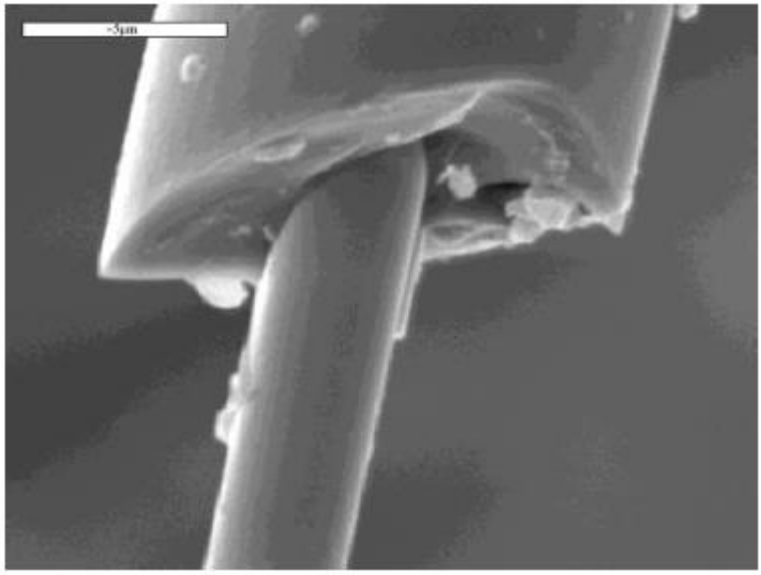

Рисунок 1.9 – СЭМ фотография $(Fe_{30}Co_{70})_{72,5}Si_{12,5}B_{15}$ аморфного магнитопровода с общим диаметром D = 12 мкм и диаметр металлического сердечника D_m=3,5 мкм [46]

Доменная структура аморфных магнитных микропроводов во многом зависит от комбинации величины магнитострикции и распределения внутренних напряжений в процессе изготовления. Эти факторы приводят к доменным структурам различного типа, что, в первую очередь, по-видимому, зависит от знака константы магнитострикции. Как будет показано ниже, для каждого конкретного случая сочетания указанных факторов аналогичным образом будет изменяться и поведение гистерезиса.

Для аморфных микропроводов на основе Co с отрицательной константой магнитострикции ее величина обычно лежит в диапазоне значений $\lambda_s \sim -(2\ldots3) \times 10^{-6}$, при этом направление легкого намагничивания поверхностного слоя микропроводов оказывается циркулярным. Как следствие, они характеризуются доменной структурой, состоящей из кольцевых доменов, как это непосредственно наблюдали в толстых проводах (рисунок 1.10-а справа). Процесс намагничивания таких микропроводов на основе Co происходит путем изменения направления намагниченности путем обратимого вращения магнитных моментов от направления, перпендикулярного оси провода (по окружности), к направлению вдоль его оси. В результате при приложении аксиального магнитного поля на кривой перемагничивания проявляется лишь слабый гистерезис (рисунок 1.10-а слева).

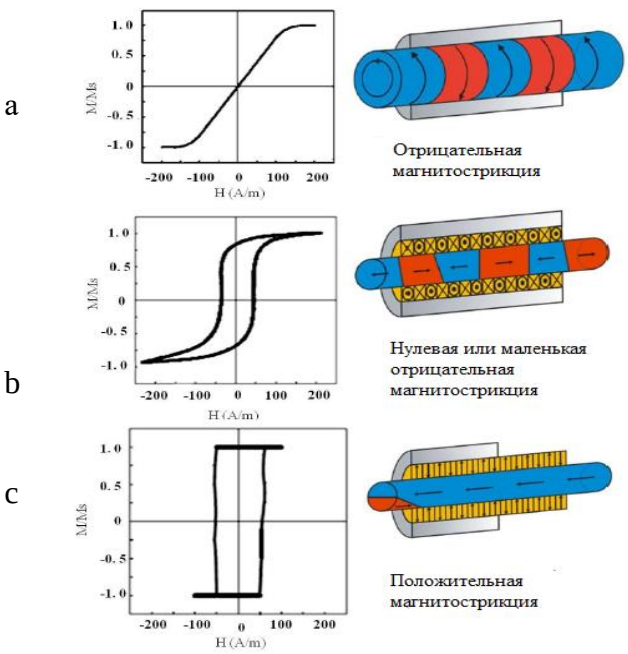

Рисунок 1.10 – Типичные петли гистерезиса микропроводов в стеклянной оболочке с отрицательным (а), почти нулевым (б) и положительном (в) значениями константы магнитострикции (слева) и схематические изображения доменных структур, соответствующих указанным значениям магнитострикции [46]

Доменная структура аморфных микропроводов на основе Co-Fe сплавов (3-8 ат. % Fe) с нулевым или низким отрицательным значением константы магнитострикции λ_s (обычно около 10^{-7}) характеризуется кольцевыми доменами в приповерхностной области жилы и доменами с осевым направлением намагниченности в центральной части вблизи оси провода (рисунок 1.10-а справа) в результате малой циркулярной магнитоупругой анизотропии. Последнее приводит к компенсации магнитостатической или упругой индуцированной анизотропии. Поэтому петля гистерезиса имеет s-подобную форму, очень низкое значение коэрцитивности и высокую начальную проницаемость (рисунок 1.10-б левая). [47].

В случае микропроводов на основе Fe с положительной магнитострикцией (обычно в диапазоне $\lambda_s \approx 2\ldots3 \times 10^{-5}$) их доменная структура состоит из большого одиночного домена в центре металлического ядра, который представлен в виде доменной структуры (рисунок 1.10-б, справа). Более того, появляются небольшие доменные границы в конце провода, чтобы уменьшить поля рассеивания. В результате появления такой своеобразной доменной структуры четко выраженная анизотропия формы определяет совершенно прямоугольную петлю гистерезиса (рисунок 1.10-в, слева), где процесс намагничивания проходит через два стабильных состояния остатка путем открепления и последующего

распространения границ доменов вдоль всего микропровода в одном большом прыжке Баркгаузена. Поведение последнего типа также известно, как магнитная бистабильность, которая будет рассмотрена в следующем разделе.

1.3 Эффект магнитной би-стабильности в аморфных микропроводах

Одно из самых отличительных свойств микропроводов со стеклянной оболочкой, на основе Fe основывается на их спонтанном проявлении магнитной бистабильности, характеризующейся одиночным и большим прыжком Баркгаузена (БПБ) в результате разворота намагниченности в одной области, существующей внутри центрального сердечника микропровода [49,50]. Такое явление квадратной гистерезисной петли и БПБ имеет место в двух основных конфигурациях. Одна из них - амплитуда приложенного магнитного поля, а вторая - вклад длины провода.

Специфическое значение магнитного поля для обнаружения БПБ известно, как «поле переключения H_s»: ниже этого поля невозможно снять намагниченность, не получив петлю прямоугольного гистерезиса. Поле переключения микропроводов со стеклянной оболочкой оказалось, что оно сильно зависит от магнитоупругой анизотропии K_{me} или от отношения толщины стеклянного покрытия к диаметру металлического сердечника ρ. Прямоугольная петля гистерезиса интерпретируется в терминах зарождения обращенных доменов во внутреннем единственном домене микропровода на основе Fe и последующего распространения доменной стенки, а также энергии доменной стенки [51].

С другой стороны, необходимая критическая длина L_c для получения магнитной бистабильности является функцией намагниченности насыщения магнитоупругой энергии доменной структуры и магнитостатической энергии. Магнитостатическая энергия зависит от поля размагничивания H_d, выраженного как:

$$Hd = NM_s \qquad (1.1)$$

где N - коэффициент размагничивания, заданный для случая длинного цилиндра с длиной l.

А диаметр микропровода D определяется как:

$$N = 4\pi\,(ln\,(2l\,/\,D) - 1]\,(D\,/\,l)^2) \qquad (1.2)$$

Происхождение этой критической длины объяснено с учетом того, что граничные области проникают от концов проволоки во внутреннем осевом намагниченном сердечнике, разрушающим единую доменную структуру. Проведено детальное исследование геометрии аморфных проволок на профиле намагниченности и размере доменов закрытия крае. В частности, критическая длина L_c для магнитной бистабильности в обычных проволоках на основе Fe (диаметр 120 микрон) составляет около 7 см. В то время как в случае тонких покрытых стеклом микропроводов оказалось равным 2 мм для 10 мкм металлического ядра. Ниже такой длины БПБ не достижим.

Магнитная бистабильность, как упомянуто выше, является одним из самых отличительных свойств микропровода со стеклянной оболочкой. После достижения двух основных конфигураций, которые необходимы для наблюдения такого свойства, магнитная бистабильность характеризуется двумя резкими пиками напряжения, индуцированными в приемной катушке, намотанной вокруг микропровода. Другими словами, это свойство порождает два одинаковых пика производной на осциллографе, один отрицательный, а другой положительный. Индуцированная электродвижущая сила (ЭДС) вызвана резким изменением магнитного потока во время большого скачка Баркгаузен. Этот эффект потенциально используется в технологиях магнитных датчиков.

В древности первый датчик, основанный на магнитной бистабильности, был представлен в 1970-х годах Вигандом и другими [52]. Провода Виганда с прямоугольными петлями гистерезиса, индуцирующие резкие импульсы длительностью 20 – 30 мкс во вторичной катушке, установленной на образце, подверженном воздействию переменного магнитного поля, широко применялись в автомобильной промышленности для опознавания процесса движения и положения автомобиля. Тем не менее, поле возбуждения, необходимое для запуска острых пиков, было примерно высоким, около 4 КА/м. Как следствие, альтернативные варианты этих проводов были описаны Мохри и его командой [53] в аморфных лентах на основе железа с уменьшенным полем возбуждения (100 А/м) по сравнению с проводами Виганда. Впоследствии эффект Маттеуччи, появившийся в скрученной аморфной ленте, был также использован для модифицированного датчика скорости вращения Мохри [54].

Был разработан ряд магнитных датчиков, основанных на магнитной бистабильности и / или эффекте Маттеуччи в аморфных проводах [55,56], где они обычно использовались для датчика расстояния, счетчика оборотов и датчика положения. Эти технологические разработки в магнитных датчиках значительно расширились из-за существования бистабильного характера с уменьшенной размерностью покрытых стеклом микропроводов. Таким образом, Жуков и другие члены команды сообщили об успешном

магнитном датчике, используемом для кодирования меток и магнитной кодификации [57] из-за множественности коэрцитивных сил и сильной зависимости этих микропроводов от геометрических размеров и термической обработки. Кроме того, расширенные значения полей переключения и высокая чувствительность к напряжению сделали их довольно привлекательными для этих перспектив. Таким образом, магнитоупругий датчик уровня жидкости был разработан Жуковым и соавторами [58,59] с использованием зависимости коэрцитивности от напряжения в почти нулевой магнитострикции на основе микропровода. Кроме того, магнитоупругая ручка, состоящая из ферромагнитной бистабильной аморфной проволоки с положительной магнитострикцией, используемой для идентификации сигнатур, основанных на характере силы стресса каждого человека, как было также разработано Жуковым и коллегами [60].

Поскольку явление магнитной бистабильности микропровода со стеклянным покрытием обеспечивает огромные направления применения в сообществе магнитных датчиков, бистабильное поведение, как было установлено, является следствием перемагничивания внутри одного домена. Соответственно, движение этой единственной области и ее динамика находятся в зоне технологического интереса. Скорость, с которой доменная стенка (ДС) может перемещаться по проводам, влияет на жизнеспособность многих предлагаемых технологических применений в устройствах магнитной логики, оперативной памяти, интегральных схемах, жестких дисках и спинтронике [61,62], все из которых основаны на быстрое и контролируемое распространение ДС магнитного материала. О первом случае распространения ДС в стеклянных микропроводах сообщили Жуков и соавторы [63]. Многочисленные исследования распространения ДС в аморфных покрытых стеклом микропроводах указывают на некоторые уникальные аспекты этого явления, которые были четко связаны со специальными магнитными структурами, сформированными в положительных и почти нулевых магнитострикционных микропроводах. Таким образом, скорости ДС, указанные в аморфных микропроводах, очень высоки - от 1 до более 2 км/с [63], а в некоторых частных случаях чрезвычайно высоки до 18,5 км/с, как сообщили Варга и соавторы [64]. Указанные скорости ДС в аморфных или нанокристаллических микропроводах со стеклянным покрытием на самом деле намного быстрее, чем в нанопроводах, даже если они получены при гораздо меньших значениях приложенных магнитных полей, в некоторых случаях до 20 А/м, как и наблюдал Варга и другие. [65]. Аналогичным образом, значения подвижности ДС также достаточно высоки в микропроводах, и скорость стенки, и подвижность зависят от типа магнитной структуры в приповерхностной области микропровода. Три причины были как-то установлены для быстрых ДВ в стеклянных микропроводах [63]; низкая анизотропия и

демпфирование Гилберта; во-вторых, наличие двух перпендикулярных анизотропий; и, в-третьих, наличие радиальной доменной структуры под поверхностью металлического ядра, которая препятствует закреплению ДС на поверхностных дефектах.

1.4 Эффект магнитного импеданса

Исторически явление магнитоимпеданса (МИ) впервые было исследовано в сплаве Ni-Fe в 1935 году Харрисоном и соавторами [66], однако в то время он не привлекал так много внимания до повторного его открытия в 1994 году Паниной и Мохри [67], а также ученными Бич и Берковиц [68]. Эффект МИ был проанализирован в то время более тщательно в не магнитострикционных мягких магнитных аморфных проводах на основе Co диаметром около 120 микрон. Термин «гигантский» использовался после хорошо известного гигантского магнитосопротивления (ГМС), которое представляет собой большое изменение сопротивления материала при приложении внешнего магнитного поля. В то время как МИ определяет изменения комплексного сопротивления материала как функцию внешнего приложенного магнитного поля. Хотя первые выводы очень похожи, например, на МИ или ГМС, в обоих случаях наблюдается значительное изменение падения напряжения на образцах при приложении внешнего магнитного поля, однако физическое происхождение обоих явлений совершенно разные. С самой основной точки зрения, в случае МИ, общий эффект от применения магнитного поля состоит в том, чтобы вызвать сильные изменения в эффективной магнитной проницаемости, факторе, который важен для определения поля и распределения тока в образце. Когда используется магнитомягкий материал, магнитная проницаемость может меняться на несколько порядков при приложении довольно небольшого поля, вызывая сильные изменения во внутренних полях и плотности электрического тока, и, как следствие, в значении импеданса образца [67,68]. Следовательно, эффект сильно зависит от частоты приложенного тока и магнитных анизотропий, присутствующих в материале, что порождает ряд интересных новых магнитных явлений.

В настоящее время многие текущие научные обзоры посвящены различным аспектам МИ либо как к инструменту исследования, чтобы исследовать некоторые внутренние и внешние магнитные свойства новых искусственно выращенных магнитомягких материалов с различной геометрией [69,70], либо как к ведущей теории для более глубокой оценки, понимание механизма, лежащего в основе МИ, а также прогнозирование некоторых ожидаемых поведений при определенных допущениях [71-74]. Каждое из этих предположений вносит важный вклад и особые свойства, будучи интересным для

нескольких практических применений. Стоит сказать, что многие из этих приложений уже предложены и испытаны в лабораторных прототипах (например, портативный цифровой дисплей магнитного поля Земли, датчик опухоли головного мозга, датчик для управления асинхронным двигателем, диск для измерения и записи автомобиля, кровь из кончика пальца пульсация сосудов и т. д.) [71,72].

На самом деле, когда мягкий ферромагнетик подвергается воздействию небольшого переменного тока, может быть достигнуто большое изменение комплексного полного сопротивления переменного тока материала при приложении магнитного поля. Относительное изменение импеданса Z с приложенным полем H обозначает эффект МИ (также известный как коэффициент МИ) и выражается как:

$$\Delta Z/Z(\%) = 100\% \times \frac{Z(H) - Z(H_{max})}{Z(H_{max})} \qquad (1.3)$$

где H_{max} – это обычно внешнее магнитное поле, достаточное для насыщения образца намагниченностью.

Комплексный импеданс линейного электронного элемента, Z = R + jωL (R и L - сопротивление и индуктивность, соответственно), определяется отношением амплитуды напряжения V_{ac}, измеренной на элементе, к амплитуде тока I_{ac} b синусоидальный ток $I_{ac}\sin\omega t$, проходящий через него. Для проводника с длиной L и равномерным поперечным сечением с площадью q полное сопротивление можно выразить формулой, приведенной в [72]:

$$Z = \frac{V_{ac}}{I_{ac}} = \frac{LE_z(s)}{q<j_z>q} = R_{dc}\frac{j_z(s)}{<j_z>q} \qquad (1.4)$$

где E_z и j_z - продольные составляющие электрического поля и плотности тока соответственно, а R_{dc} - постоянное электрическое сопротивление. S — это значение на поверхности, а $<j_z>q$ - среднее значение j_z по сечению q.

Плотность тока j_z (r) в уравнении (1.4) проводника, как правило, можно получить в рамках классической электродинамики сплошных сред, решая одновременно приведенное уравнение Максвелла (1.5) и уравнение Ландау-Лифшица (1.6) для движения вектора намагниченности следующим образом:

$$\nabla^2 H - \frac{\mu^0}{\rho}\dot{H} = \frac{\mu}{\rho}\dot{M} - grad\ div\ M \qquad (1.5)$$

$$M = \gamma M \times H_{eff}\frac{\alpha}{M_s} \times M - \frac{1}{\tau}(M - M_0) \qquad (1.6)$$

где γ - гиромагнитное отношение;

M_s намагниченность насыщения;

M_0 - статическая намагниченность;

H_{eff} - эффективное магнитное поле;

α - параметр демпфирования.

Аналитически сложно получить точное решение задачи, решая одновременно либо уравнение Максвелла. (1.5) или уравнение движения Ландау – Лифшица уравнение (1.6). Однако на низкой частоте задача может быть рассмотрена в квазистатическом приближении. В этом случае, используя простое материальное соотношение (B = μ H) в уравнениях Максвелла, плотность тока в бесконечном пленочном проводнике можно легко рассчитать в соответствии с [72] и заменить $j_z(r)$ на уравнение (1.4) сопротивление Цилиндрический магнитопровод регулируется как:

$$Z = R_{dc} K_r J_0(K_r)/2J_1(K_r) \qquad (1.7)$$

где J_0 и J_1 являются функциями Бесселя;

K = (1 + j) / δ_m, где δ_m обозначает глубину проникновения в поверхность с мнимой единицей j, δ_m и с круговой проницаемостью; r - радиус проволоки.

Глубину проникновения в поверхность δ_m в случае магнитных проводов определяется как:

$$\delta_m = \sqrt{\pi f \sigma \mu_\varphi} \qquad (1.8)$$

где σ - электропроводность, f - частота тока вдоль образца, а μ_ϕ - круговая магнитная проницаемость, предполагаемая скалярной.

Можно сделать вывод, что для больших откликов МИ необходимо уменьшить глубину скин-слоя, выбирая магнитные материалы, которые имеют большие μ_ϕ и малые δ_m и R_{dc}.

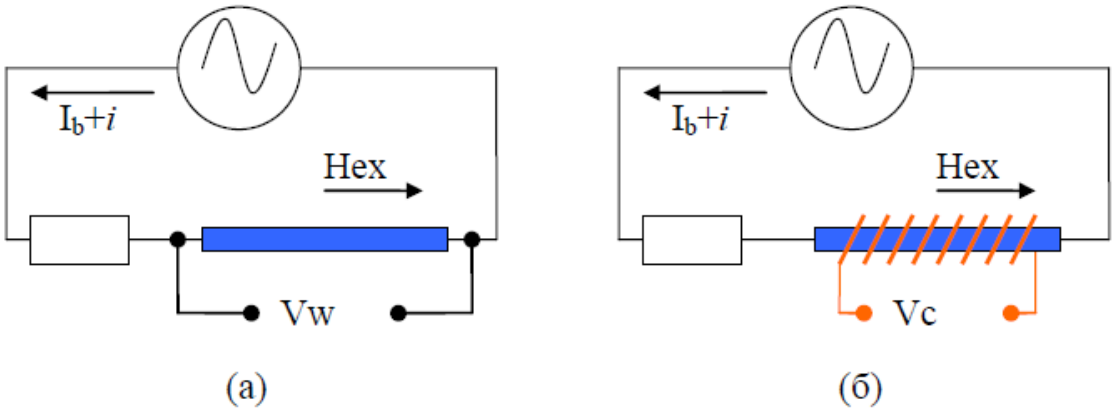

Рисунок 1.11 – Высокочастотный сигнал, индуцированный переменным током и внешним магнитным полем, может измеряться на концах проводника (а) или в катушке (б) [73].

Таким образом, для наблюдения магнитоимпеданса необходимы достаточно высокие частоты (рисунок 1.11), а также, чтобы поперечная магнитная проницаемость сохраняла достаточно большую величину и значительно изменялась во внешнем магнитном поле. Для выполнения этих условий необходимо сочетание магнитомягких свойств и определенной магнитной анизотропии (например, циркулярной анизотропии в цилиндрическом магнетике) [74].

1.5 Влияние тепловой обработки на магнитные параметры аморфных сплавов

В аморфных микропроводах есть дополнительный механизм зависимости магнитных свойств от температуры, что связано с распределением внутренних напряжений, возникающих во время производства провода при затвердевании из расплава. Температурная зависимость магнитных свойств в аморфных сплавах связана с их метастабильной природой. Термостабилизация ниже температуры кристаллизации может быть достигнута путем снятия напряжений и создания необходимой анизотропии в результате процессов с высокой энергией активации и медленной кинетикой. Отжиг в присутствии магнитного поля или напряжения вызывает анизотропное изменение в композиционном и / или топологическом ближнем упорядочении [75,76]. Индуцированная анизотропия, в основном, происходит из-за ближнего парного упорядочения 3d-подобных атомов благодаря псевдодипольному взаимодействию Ван Флека, которое приводит к дальнему магнитному порядку [77,78]. В кристаллических сплавах эта анизотропия мала по сравнению с магнитокристаллической анизотропией. Величина индуцированной анизотропии зависит от состава и значительно меньше для сплавов с одним 3D-

элементом. Тогда для сплавов Кориха некоторый вклад межузельного или одноатомного упорядочения металлоидов также важен [75].

1.5.1 Изотермический отжиг

Изотермический отжиг, проводимый в муфельной печи при заданных температурах и времени, существенно влияет на магнитные свойства аморфных образцов, например, петли гистерезиса образцов из сплавов с большим содержанием Co претерпевают значительные изменения. В случае микропровода $Co_{68.7}Fe_4Ni_1B_{13}Si_{11}Mo_{2.3}$, отожженного при температуре T_{ann} = 523 K в течении t_{ann} = 60 мин, петля гистерезиса становится почти прямоугольной (рисунок 1.12). Петля гистерезиса других отожженных микропроводов с высоким содержанием Co не является идеально прямоугольной, но также наблюдались значительные изменения после отжига при тех же условиях (рисунок 1.13).

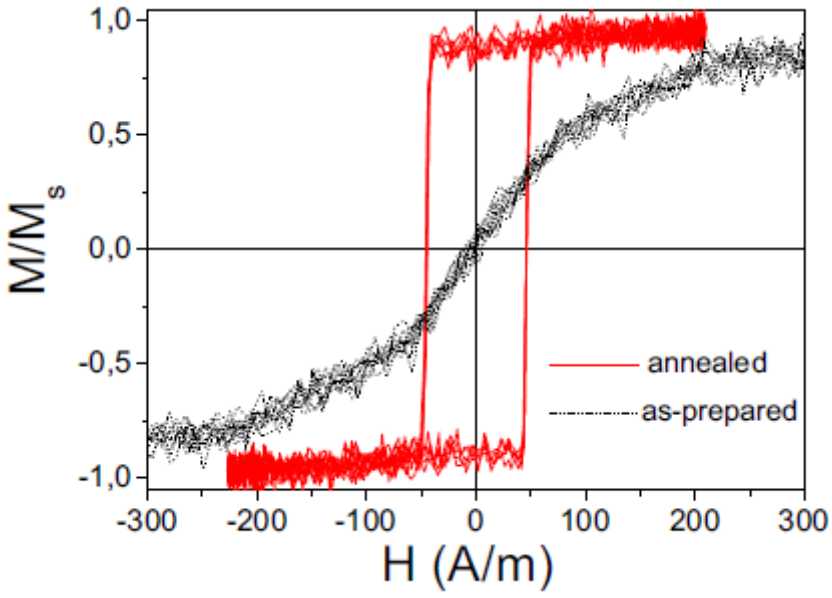

Рисунок 1.12 – Петли гистерезиса исходного и отожженного микропровода номинального состава $Co_{68.7}Fe_4Ni_1B_{13}Si_{11}Mo_{2.3}$ при 573 K в течение 60 мин [79].

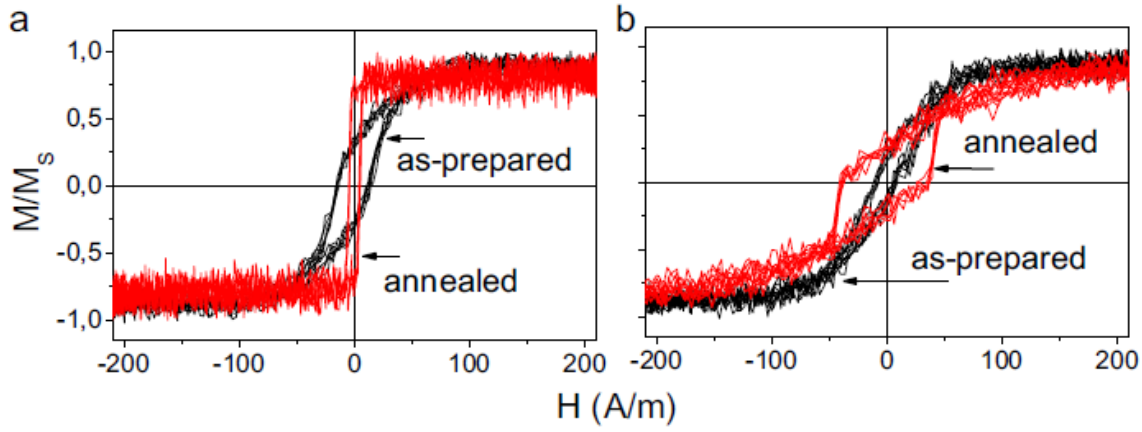

Рисунок 1.13 – Петли гистерезиса исходных микропроводов состава а) $Fe_{3,85}Co_{67,05}Ni_{1,44}B_{11,53}Si_{14,47}Mo_{1,66}$ и $Co_{68,6}B_{14,8}Si_{10}Mn_{6,6}$ (b) отожженных при 573 К в течение 60 мин [79].

Хорошо известно, что индуцированная магнитная анизотропия может играть важную роль в отожженных аморфных материалах (особенно в присутствии магнитного поля и / или приложенного напряжения) [80]. В случае покрытых стеклом микропроводов мы должны принять во внимание, что обычный отжиг должен рассматриваться как отжиг под напряжением, так как имеются внутренние напряжения, наведенные при их изготовлении. Следует отметить, что осевая составляющая внутренних напряжений, вызванная покрытием из стекла, является самой большой [81]. Поэтому, применяя растягивающее осевое напряжение во время отжига, нужно ожидать усиления индуцированной анизотропии.

Таким образом, в случае микропроводов состава $Co_{69.2}Fe_{4.1}B_{11.8}Si_{13.8}C_{1.1}$ отжиг значительно влияет не только на петли гистерезиса (как показано на рисунке 1.14), но также на эффект МИ и скорость движения доменных стенок (ДС, рисунок 1.15). Микропровода в исходном состоянии $Co_{69.2}Fe_{4.1}B_{11.8}Si_{13.8}C_{1.1}$ имеют низкую коэрцитивную силу (около 8 А/м), линейную петлю гистерезиса и высокое отношение МИ (максимальное отношение, $\Delta Z/Z_{max} \approx 280\%$, рисунок 1.15а). После изотермического отжига в муфельной печи петли гистерезиса становятся почти идеально прямоугольными, и $\Delta Z/Z_{max}$ уменьшается примерно до 160%. Но если навести при отжиге напряжение (например, растягивающее напряжение порядка 150 МПа) при тех же условиях (573 К в течение 5 мин) $\Delta Z/Z_{max}$ возрастает примерно до 330% (рисунок 1.15а). Как видно из рисунка 1.14, петли гистерезиса микропроводов $Co_{69.2}Fe_{4.1}B_{11.8}Si_{13.8}C_{1.1}$, отожженных при достаточно высокой температуре и / или времени, становятся практически прямоугольными [79]. Такое поведение характерно для исходных микропроводов с

положительным коэффициентом магнитострикции. Полученные зависимости скорости доменной стенки v от магнитного поля H являются квазилинейными, и они аналогичны тем, которые получены для микропроводов с положительным коэффициентом магнитострикции.

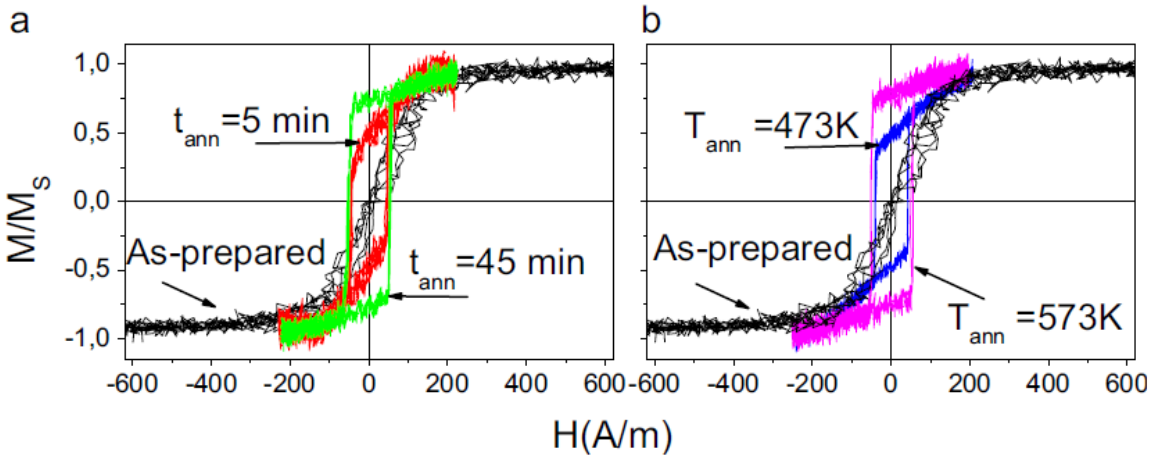

Рисунок 1.14 – Влияние времени отжига t_{ann} при T_{ann}=523 K (a) и температуры отжига при t_{ann}=5 мин (b) на петли гистерезиса микропроводов состава $Co_{69.2}Fe_{4.1}B_{11.8}Si_{13.8}C_{1.1}$ [45].

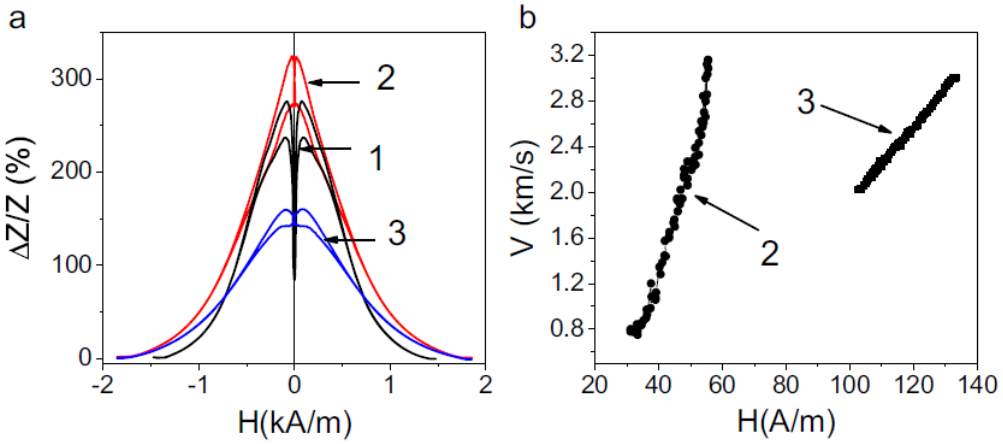

Рисунок 1.15 – (a) Коэффициент МИ, измеренный при частоте 200 МГц и (b) скорость ДС [79]. Состояния микропровода $Co_{69.2}Fe_{4.1}B_{11.8}Si_{13.8}C_{1.1}$: 1 – исходное; 2 –отожженный при 573 К в течение 5 минут; 3 – отожженные под механическим напряжением при 573 К в течение 5 минут.

Отожженный при совместном наведении механического напряжения микропровод также демонстрирует быстрое распространение ДС, но диапазон магнитного поля для распространения одиночного домена смещается в область более низких полей (рисунок 1.15b). Это различие должно объясняться меньшей коэрцитивностью отожженных микропроводов при напряжении (аналогично тому, что наблюдается на рисунке 1.14).

Наблюдаемые скорости ДС довольно высоки и аналогичны значениям, полученным в микропроводах с бистабильными магнитными свойствами, что является необходимым условием для распространения уединенных доменных стенок [8283].

Понимание процессов, влияющих на формирование магнитной анизотропии, и определение процесса перемагничивания обогащённых Co и Fe микропроводов позволит нам адаптировать магнитные свойства и найти условия отжига, при которых возможно оптимизировать быстрое распространение ДС и эффект МИ.

1.5.2 Токовый отжиг

Токовый отжиг ранее использовался с целью повышения чувствительности к магнитоимпедансу в аморфных проводах с высоким содержанием Co [83-85]. В покрытых стеклом и извлеченных из расплава микропроводах внутренние напряжения могут быть слишком высокими и неоднородными, что сильно ограничивает величину эффекта магнитоимпеданса (МИ). С помощью токового отжига может быть наведена анизотропия с легкими осями, направленными циркулярно. С помощью такой анизотропии билы получены очень высокие значения относительного изменения импеданса до 600% для обоих типов проводов [86-88]. Были также опробованы различные методы токового отжига, включая переменный ток, импульсный ток и т. д. [89], демонстрирующие высокие значения коэффициента МИ по сравнению с микропроводом в исходном сосиоянии; однако преимущество таких более сложных обработок по сравнению с отжигом по постоянному току не было очевидным. Следует также отметить, что отношение МИ в исходных проводах с оптимизированным составом и геометрией также может быть очень высоким (∼500% в [90] и ∼380% в [91]).

Микропровода с общим диаметром D = 26,6 мкм и диаметром металлической жилы d = 25,6 мкм нагревались постоянным током I со значениями 30 и 40 мА. Эти токи были выбраны во избежание кристаллизации и, следовательно, быстрого ухудшения магнитных свойств. Плотность тока напрямую связана с нагревом образца. В данном случае используемые плотности тока (58,3 и 77,7 А/мм^2 для 30 и 40 мА соответственно) были явно ниже значений, которые могут привести к переходу в парамагнитное состояние или кристаллизации [76].

Петля гистерезиса исходного микропровода номинального состава $Co_{67}Fe_{3.9}Ni_{1.5}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.6}$ обладает низкой коэрцитивной силой (около 7 А/м) и представляет форму типичную для микропроводов со стеклянным покрытием и отрицательным коэффициентом магнитострикции (рисунок 1.16). Следовательно, высокое

значение МИ (около $\Delta Z/Z_{max} \approx 550\%$ при f = 300 МГц) наблюдается даже в исходном микропроводе, имеющем номинальный состав $Co_{67}Fe_{3.9}Ni_{1.4}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.6}$ (рисунок 1.17).

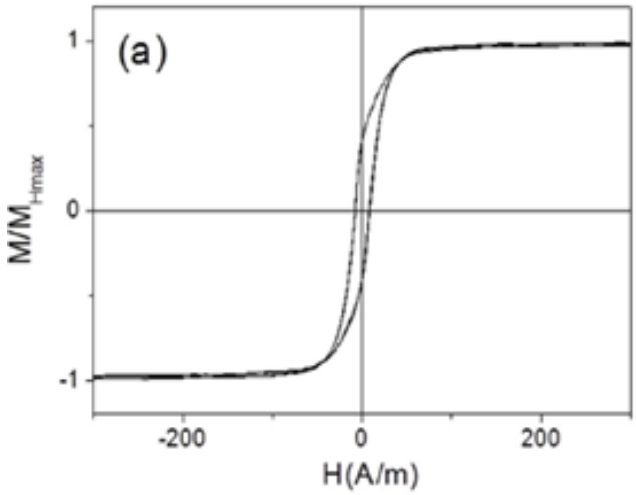

Рисунок 1.16 – Петля гистерезиса микропровода состава $Co_{67}Fe_{3.9}Ni_{1.5}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.6}$ со стеклянным покрытием

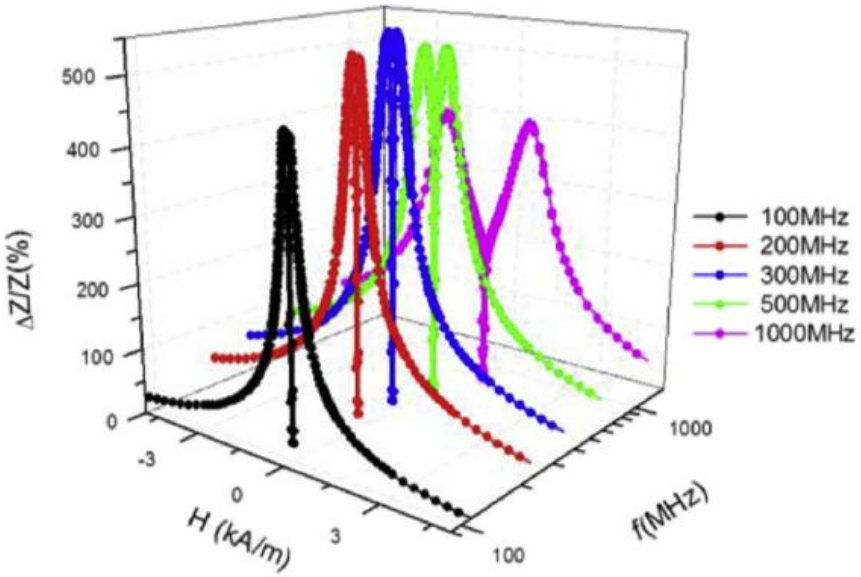

Рисунок 1.17 – Зависимости Z/Z(H), измеренные в исходном микропроводе $Co_{67}Fe_{3.9}Ni_{1.5}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.6}$ на разных частотах.

После токового отжига в определенных условиях наблюдалось увеличение максимального отношения МИ, Z/Z_{max}, как показано для образца, отожженного при 30 мА в течение 5 минут (рисунок 1.18а) или 40 мА в течение 5 мин (рисунок 1.18б). Однако с

увеличением времени отжига $\Delta Z/Z_{max}$ уменьшается (рисунок 18в для 40 мА, t_{ann} = 10 мин) [76].

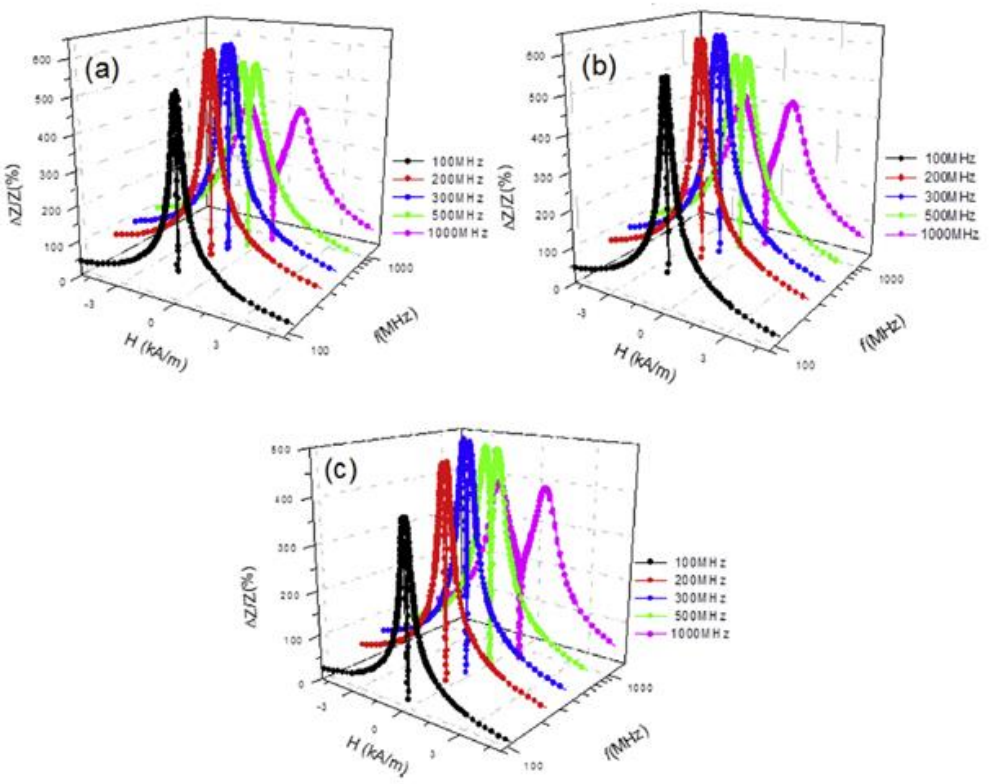

Рисунок 1.18 – Зависимости Z/Z(H), измеренные в отожженном состоянии при 30 мА в течение 3 мин (а), 5 мин (б) и 10 мин (с) микропровода состава $Co_{67}Fe_{3,9}Ni_{1,5}B_{11,5}Si_{14,5}Mo_{1,6}$ на разных частотах [76].

Петли гистерезиса микропроводов состава $Co_{67}Fe_{3.9}Ni_{1.5}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.6}$ после токового отжига обладают чрезвычайно мягкими магнитными свойствами: образец при 40 мА (5 мин) имеет коэрцитивную силу, H_c, около 5 А/м, а образец отожженный при 30 мА (5 мин) имеет коэрцитивную силу около 2 А/м (рисунок 1.19a). Кроме того, из рисунка 19a можно наблюдать, что после отжига тока исследуемый образец имеет более низкое поле магнитной анизотропии, H_k, около 25 А/м. Аналогичные магнитные свойства ($H_c \approx 2$ А/м и $H_k \approx 32$ А/м) также наблюдаются для отожженного тока микропровода при 30 мА в течение 3 мин (рисунок 1.19b).

Но при дальнейшем увеличении времени отжига (при I = 30 мА) наблюдается небольшое увеличение коэрцитивной силы (до 6 А/м при t_{ann} = 10 и 20 мин) и магнитного поля анизотропии (до 75 А/м) (рисунок 1.19c).

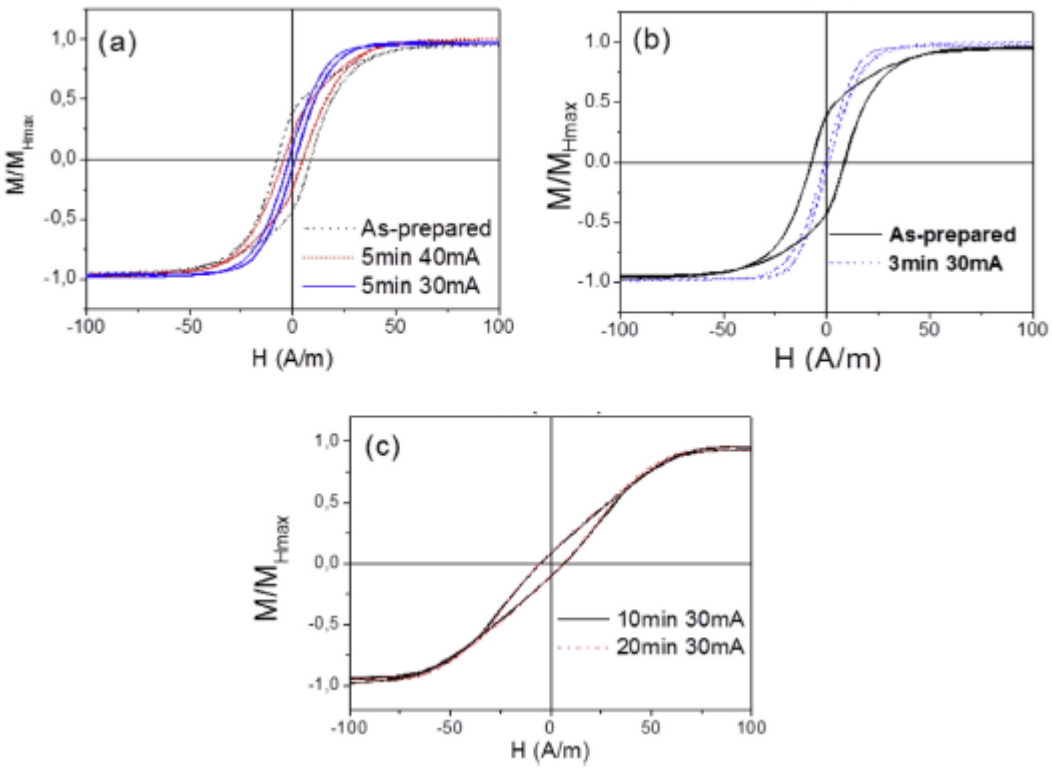

Рисунок 1.19 – Петли гистерезиса, измеренные в отожженном состоянии при 30 мА в течение 3 мин (а), 5 мин (б) и 10 мин (с) микропровода состава $Co_{67}Fe_{3,9}Ni_{1,5}B_{11,5}Si_{14,5}Mo_{1,6}$ на разных частотах [76].

Тенденция изменения магнитного поля анизотропии после отжига тока представлена на рисунке 1.20a. Как можно понять, самое низкое значение H_k наблюдается при t_{ann} = 5 мин. Точно так же самые высокие значения Z/Z_{max} и самые низкие максимумы поля, H_m, наблюдаются для микропровода $Co_{67}Fe_{3.9}Ni_{1.5}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.6}$, отожженного в течение 5 минут (рисунок 1.20b). Зависимости, представленные на рисунке 1.20b, получены для магнитного поля, убывающего от его максимального значения. Значения H_m, наблюдаемые на рисунке 1.18b, аналогичны значениям H_k, оцененным по петлям гистерезиса. Несмотря на наблюдаемую корреляцию, значения H_m, оцененные по зависимостям Z/Z(H), обеспечивают более высокие значения. Кроме того, увеличение значений H_m с увеличением частоты можно оценить по рисункам 1.17 и 1.18. Такое несоответствие обсуждалось в другом месте [77,78 ,92 ,93].

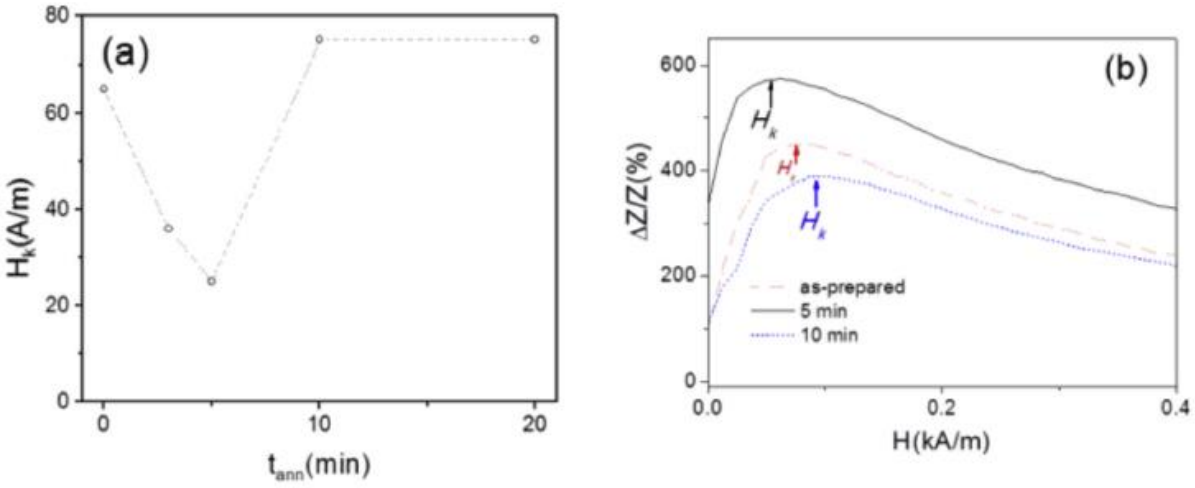

Рисунок 1.20 – Зависимость поля магнитной анизотропии от времени отжига тока при зависимостях I = 30 мА (a) и ΔZ/Z (H), измеренных при 100 МГц для исходного и отожженного тока при 5 мин и 10 мин микропроводов состава $Co_{67}Fe_{3.9}Ni_{15}B_{11,5}Si_{14,5}Mo_{1,6}$ (b).

Детальные исследования влияния частоты на значения H_m проводятся для аморфных лент [95,66] и микропроводов [93,94].

Причины такого расхождения в значениях H_k и H_m могут быть объяснены как различной магнитной анизотропией внутри магнитного микропровода, так и площадью поверхности, а также сходством эффекта МИ на высоких частотах с ферромагнитным резонансом [93,91]. Действительно, ранее фундаментальная связь между ФМР и МИ указана как теоретически, так и экспериментально [93,94]. С другой стороны, различная магнитная анизотропия в поверхностном слое и внутри металлического ядра может быть связана с образованием интерфейсного слоя между стеклянным покрытием и металлическим ядром [97]. Действительно, интерфейсный слой может иметь различный химический состав и, следовательно, различную магнитную анизотропию.

Фактически, наличие индуцированной анизотропии с сильным компонентом намагниченности в круговом направлении микропровода должно быть связано с высоким значением кругового компонента магнитной проницаемости. При увеличении частоты происходит уменьшение глубины скин-слоя, обусловленное высокой величиной круговой магнитной проницаемости. Следовательно, при увеличении частоты образец начинает экранироваться, и ток проходит через тонкий поверхностный слой образца. Поэтому значения H_m могут быть связаны с магнитной анизотропией слоя, в котором течет ток, который зависит от распределения напряжений в поверхностном слое. При увеличении

частоты ожидается уменьшение глубины скин-слоя, и магнитная проницаемость должна резко измениться с толщиной поверхностного слоя.

Обсуждаемые зависимости изучались с учетом магнитной анизотропии, индуцированной круговым магнитным полем во время отжига током, релаксации внутренних напряжений и радиального распределения магнитной анизотропии. Исследования частотной зависимости отношения МИ могут навести на новые идеи, чтобы понять распределение магнитной анизотропии внутри микропровода со стеклянным покрытием.

1.6 Изменение магнитной структуры и МИ в результате нагрева (-20 –100 °C), температурная нестабильность

Ферромагнитные амморфные микропровода в последнее время привлекают большое внимание в качестве их широко потенциального промышленного применения: то есть сенсорных элементов МИ для обнаружения слабых магнитных полей в автомобильной промышленности, биомедицине и навигационных полях. При этом эффект МИ наблюдается во многих магнитомягких материалах, особенно в аморфных сплавах, которые могут быть в виде проводов, лент или тонких магнитных пленок. Эффективным методом улучшения эффекта МИ обычно является токовый отжиг, а также М. Малатек и другие сообщили, что термическая обработка аморфной ленты значительно улучшает температурное поведение изменения МИ. Значение МИ в аморфных проводах зависит от многих факторов, включая длину соединения, диаметр проводов, состав сплава, ток возбуждения, температуру окружающей среды и т. д. В частности, зависимость от температуры является одним из наиболее важных факторов из-за возможного применения в качестве датчика с высокой чувствительностью. Температура окружающей среды оказывает серьезное влияние на эффект МИ. Кроме того, ее влияние может приводить к различным магнитным свойствам в разной степени, когда применяются разные внешние условия, такие как разный частотный диапазон, разное магнитное поле и разное состояние образцов. Тем не менее, рабочая температура классических датчиков МИ сфокусирована на уровне ниже 80 °C, при котором небольшое колебание импеданса коэффициентов МИ может воспринимать огромный сигнал напряжения, усиленный схемой дальнейшего усиления [99]. С другой стороны, также отсутствуют сравнительные исследования термостабильности в различных состояниях (в литом, без стекла и отожженном состоянии) микропроводов со стеклянным покрытием, поэтому целесообразно провести

это исследование и анализ влияния температуры. в эффекте МИ при различных условиях измерения.

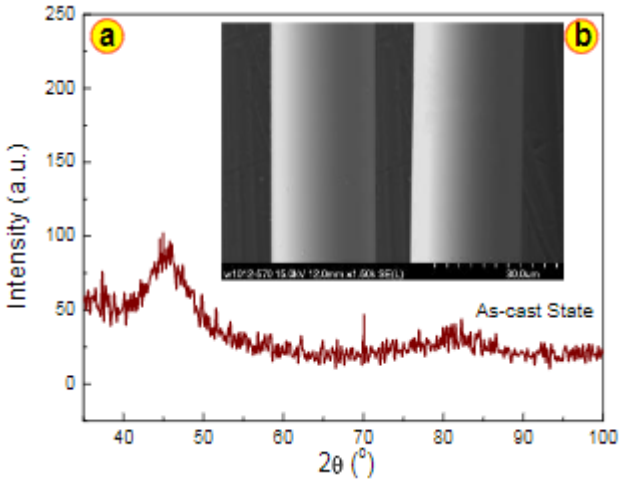

Рисунок 1.21 – (а) Рентгенограммы; (б) СЭМ-изображения микропроводов со стеклянным покрытием на литой основе

На рисунке 1.21 (а) показаны рентгенограммы литых покрытых стеклом проводов. Структура состоит из одного широкого диффузионного максимума дифракции, который указывает на то, что микроструктура проволоки является полностью аморфной характеристикой. На рисунке 1.21 (б) показаны СЭМ-изображения литых покрытых стеклом проводов. Морфология поверхности литых проволок однородная, гладкая, без явных макро- или микродефектов [99].

На рисунке 1.22 представлена температурная зависимость отношения МИ $\Delta Z/Z_{max}$ образцов разных состояний на частоте 2 МГц с диапазоном внешнего магнитного поля от 0 до 80 Э.

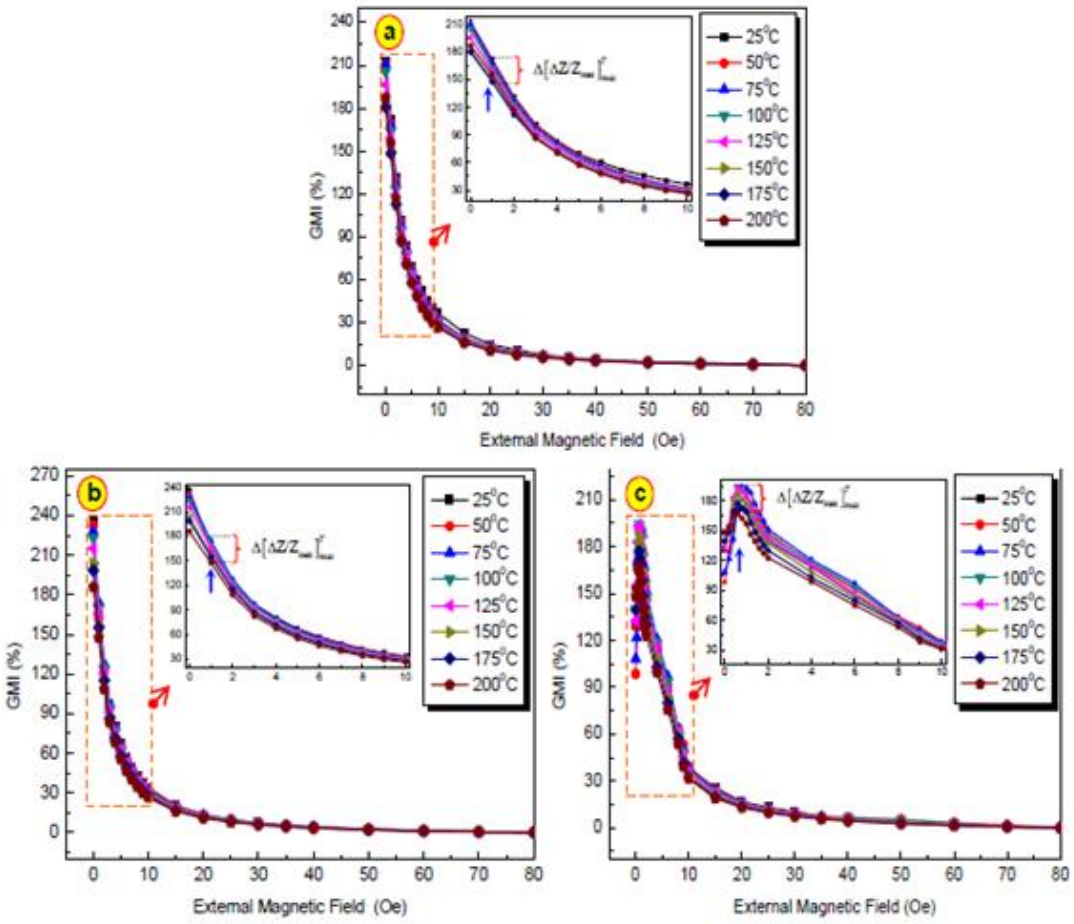

Рисунок 1.22 – Температурная зависимость коэффициентов МИ образцов различных состояний [99] а) литая проволока; (б) стекло со снятой проволокой; (в) отожженный провод постоянного тока на частоте 2 МГц с диапазоном внешнего магнитного поля от 0 э до 80 Э.

Из приведенных выше результатов видно, что температура оказывает заметное влияние на термостабильность эффекта МИ и тесно связана с состояниями образца (в том числе отлитыми, со удалённым стеклянным покрытием и отожженными постоянным током), внешним магнитным полем и частотой возбуждения. Термическая стабильность и флуктуирующие колебания МИ при различной температуре трехпроводных проводов могут быть явно улучшены с увеличением частоты возбуждения от 2 МГц до 10 МГ. Рабочий диапазон (0 – 10 Э) магнитного поля для возможного применения датчика, особенно в диапазоне (20 – 10 Э), демонстрирующий лучшую термическую стабильность. Магнитное поле продолжает увеличиваться до 80 Э, эти различия постепенно уменьшаются до небольшого значения, даже исчезают. Профили МИ отожженного провода при постоянном токе демонстрируют особенность двойной рабочей зоны (относительно слабое поле 0 – 2 Э и относительно сильное поле 20 – 10 Э) магнитного

поля при 10 МГц для применения в качестве потенциального датчика с различным диапазоном обнаружения слабого магнитного поля. В заключение следует отметить, что оптимальная частота возбуждения 10 МГц и диапазон обнаружения слабого магнитного поля (2 – 10 Э) благоприятны для выбора параметров конструкции высокопроизводительного датчика МИ для эффективного повышения термостабильности и уменьшения колебаний флуктуации МИ под влиянием температуры окружающей среды.

А также, аморфные сплавы на основе кобальта характеризуются магнитострикцией, близкой к нулю, и являются перспективными в качестве ультрамягких магнитных материалов для различных областей применения. Провода и ленты, изготовленные из таких сплавов, могут использоваться в качестве чувствительных элементов в датчиках флюсгейта [100,101], МИ датчиках [102–104], а также в качестве магнитоупругих ручек и наконечников в микроскопических устройствах [105]. Для всех этих применений стабильность температуры магнитной структуры и процессов намагничивания имеет большое значение; однако они могут демонстрировать значительные изменения в умеренном температурном диапазоне от -20 до 100 °C (известном как промышленный температурный диапазон), значительно ниже характерных температур ферромагнитного фазового перехода T_c (температура Кюри ~ 290 – 360 °C) и кристаллизация T_{cr} (~ 500 – 600 °C). Индуцированные нагревом превращения в магнитной структуре и поверхностный гистерезис в микропроводах из аморфного стекла с покрытием на основе Fe и Co непосредственно наблюдались с помощью магнитооптического эффекта Керра [106]. После повышения температуры выше 40 °C угол кольцевой анизотропии изменился, что повлияло на механизм перемагничивания. Значительные вариации периферической анизотропии и характеристик МИ в аморфных микропроводах на основе Co после циклов нагрев-охлаждение при значительно более низких температурах по сравнению с T_c и T_{cr} были описаны в [107-109]. Заметные изменения МИ также были обнаружены в нанокристаллических нитях на основе Fe при температуре выше 70 °C [110]. Во всех случаях влияние умеренных температур на магнитные параметры в аморфных микропроводах объяснялось структурной релаксацией аморфной фазы и частичным сбросом внутренних напряжений.

Снижение влияния температуры на магнитную конфигурацию и МИ в аморфных микропроводах наблюдался после обычного отжига [108-111], что в некоторых случаях приводило к значительному снижению коэффициентов МИ. В присутствии кругового магнитного поля при джоулевом нагреве индуцируется круговая магнитная анизотропия, в то время как магнитоупругая анизотропия уменьшается из-за релаксации напряжений. Отжиг по току в оптимизированных условиях позволяет добиться хорошей температурной

стабильности перемагничивания и МИ при высокой чувствительности, в частности, в проводах после снятия стеклянного покрытия.

Стоит также отметить, что аморфный характер покрытых стеклом микропроводов делает их очень чувствительными к внешним параметрам. Несомненно, напряжение, вызванное в процессе изготовления, как упоминалось ранее, хорошо определяет важный источник анизотропии. Такого рода анизотропии могут быть в значительной степени ослаблены отжигом. Убедительные последствия процессов отжига требуют понимания истоков индуцированных анизотропий. Это, в конечном счете, приводит к частичному ослаблению внутренних напряжений, вызванных технологией производства, и приводит к возникновению дополнительных источников индуцированной анизотропии. Управление анизотропией чрезвычайно важно для любого технологического применения.

Вследствие быстрого охлаждения АФМ метастабильны не только по отношению к кристаллизации, но и по отношению к структурной релаксации в аморфной фазе. Атомные перераспределения внутри стекла постепенно достигают идеальной аморфной конфигурации. Соответственно, многие физические свойства чувствительны к структурной релаксации и изменяются со временем [112]. Хотя скорость изменения обычно незначительна при комнатной температуре, она становится быстрее при более высоких температурах ниже температуры кристаллизации. Зависимость измеренного физического свойства от времени отжига (t_{ann}) и температуры (T_{ann}) является сложной функцией изменений, индуцированных в образце. Изменение любой величины с помощью t_{ann} при заданном T_{ann} зависит от ряда факторов.

Явления релаксации можно классифицировать как минимум в две группы [112]. Первая группа показывает необратимое и монотонное релаксационное поведение, за исключением очень близкой к температуре стеклования T_g и выше. Эта группа релаксационных явлений состоит из изменений объема, диффузии или вязкости металлического стекла. Вторая группа включает релаксации неупругости (ползучести-анизотропии), температуры Кюри, магнитной анизотропии, индуцированной полем, и теплового сопротивления. Эта группа релаксационных явлений характеризуется насыщением изменения после длительного отжига, что указывает на достижение псевдоравновесного состояния. Насыщенное состояние называется псевдоравновесным состоянием, поскольку микропровод является метастабильным, а не кристаллизованным. Обычно псевдоравновесное состояние зависит от температуры отжига, так что, когда T_{ann} изменяется, система может обратимо перемещаться из одного состояния равновесия в другое. Поскольку эта обратимость представляет собой поразительное различие по

сравнению с первой группой, эти релаксационные явления также известны как обратимые явления релаксации.

Отжиг можно проводить множеством различных способов: традиционный отжиг, отжиг под напряжением, отжиг с помощью поля или отжиг под действием электрического тока. Однако в случае микропроводов покрытых стеклом любой отдельный процесс отжига можно рассматривать как двукратный процесс (х-отжиг плюс ударный отжиг). Другими словами, наличие стеклянного слоя усиливает сильные дополнительные напряжения, вследствие чего даже обычный отжиг следует рассматривать как обычный с приложенным напряжением. Существует несколько предложенных механизмов этой индуцированной анизотропии, которые включают в себя: упорядочение атомной пары, приводящее к направленному порядку в образце; индицирование текстуры, в которой выстраиваются простые оси; структурное расслабление и перегруппировка свободного объема в аморфных материалах; влияние на анизотропию формы кристаллитов за счет механического выравнивания. Термический отжиг при умеренной температуре и времени влияет на магнитоупругую анизотропию: после отжига магнитоупругая анизотропия резко уменьшается. Следовательно, отжиг при повышенной температуре, но ниже температуры Кюри, вызывает макроскопическую магнитную анизотропию с предпочтительной осью, определяемой направлением намагниченности в процессе отжига. Установлено, что анизотропия, индуцированная полем, возрастает до температуры отжига. Такое поведение экспериментально наблюдалось в металлических стеклах различного состава. Микроскопическое происхождение этой анизотропии, вызванное полем, было успешно объяснено с учетом направленного упорядочения механизма атомных пар, разработанного Неелем [113]. Эта модель предсказывает зависимость анизотропии, индуцированной полем, от температуры отжига как:

$$K_u\,(T) \;=\; k\,(M_s)_n\,(T) \qquad (1.9)$$

где n постоянная, значение которой можно считать равным 2.

Теоретически предсказанное значение индекса n было экспериментально обнаружено в металлических стеклах на основе Ni [114]. Тем не менее, отклонения такого теоретического значения были получены в металлических стеклах на основе Co-Fe. В этом случае рассматривается дополнительный вклад от одноионного (первоначально n = 3). Кроме того, в зависимости от температуры отжига каждый вклад может быть различным в зависимости от содержания магнитных элементов. Поэтому макроскопически изотропные аморфные сплавы могут проявлять макроскопическую

магнитную анизотропию в случае, если они подвергаются подходящей обработке отжига при наличии магнитного поля (полевой отжиг) или механического напряжения (отжиг напряжения).

Практический пример такой сложной индуцированной анизотропии в АФМ был зарегистрирован в сплавах на основе Fe. Заметное сильное влияние отжига под действием механического напряжения на общую форму петлей гистерезиса и магнитных свойств было интерпретировано из-за резкого уменьшения продольной составляющей напряжения и появления продольных напряжений сжатия, так называемых «обратных напряжений» (рисунок 1.23). Такой вклад двух различных анизотропий, вызванных отжигом, один - механической нагрузкой (продольной) и другой путем отжига (поперечный), приводит к перераспределению внутренних напряжений и локальной микроструктуры образца и, следовательно, чистой магнитоупругой энергии в напряженном состоянии было сведено к минимуму.

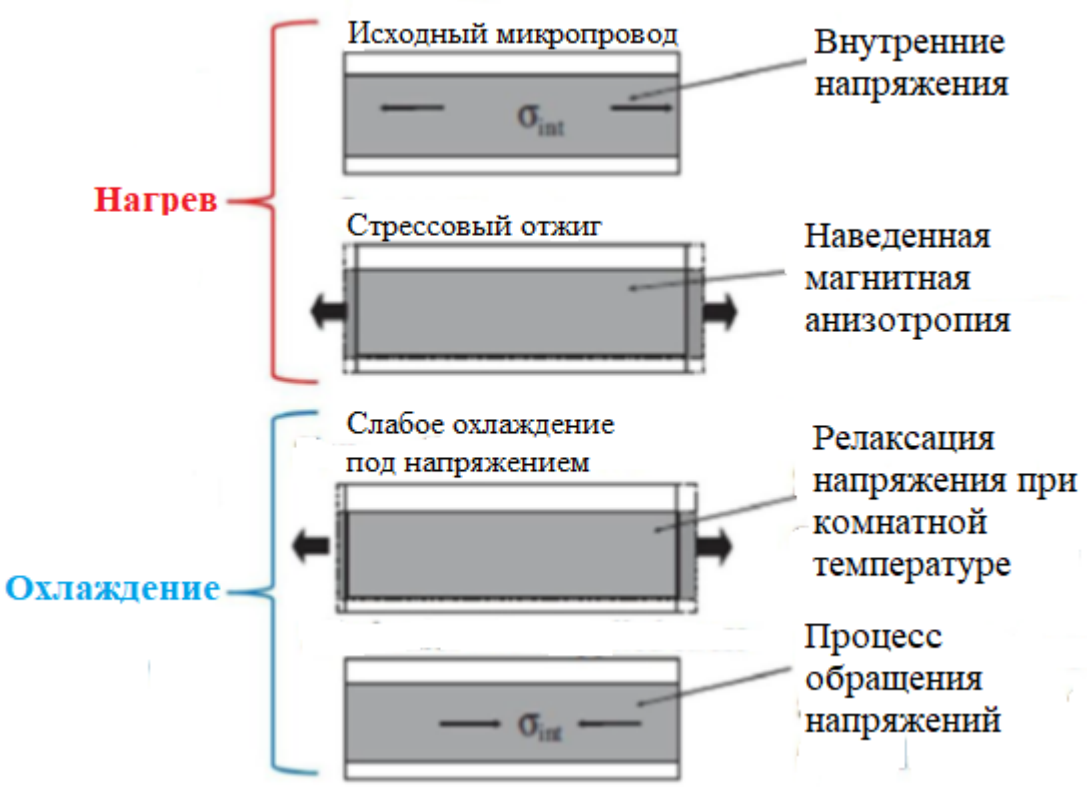

Рисунок 1.23 – Схематическое изображение возникновения обратных напряжений и эффектов стресс отжига в микропроводах, покрытых стеклом [114]

Рассматривая отжиг для достижения желаемых магнитных свойств, таким образом, разумно контролировать кинетику отжига с целью избежать кристаллизации и, следовательно, ухудшения ряда свойств мягких магнитных свойств. Действительно, в

некоторых случаях кристаллизация может улучшить магнитную мягкость даже лучше, чем аморфное состояние покрытых стеклом микропроводов, так называемая «нанокристаллизация».

1.7 Области применения аморфных микропроводов

В течение последних 30 лет аморфные микропровода неоднократно были предложены к использованию в разного рода датчиках сенсорных системах. Благодаря своей уникальной комбинации свойств аморфные магнитные микропровода открывают путь к новым функциональным возможностям.

Не так давно разработка высокопроизводительных магнитных датчиков была основана на эффекте МИ, диагональном (симметричном) или недиагональном (асимметричном) в тонких проводах «Aichi Steel Co.», Япония, Хонкурой и Морхи, а также и их соавторами. Они сообщили о ряде магнитных датчиков, основанных на эффекте МИ и напряженно-импедансном эффекте с интегральной схемой «CMOS IC», и о преимуществах, по сравнению с обычными магнитными датчиками [115,116], которые в этом случае были актуальны для обнаружения даже слабых магнитных полей. Наконец, магнитный компас для сотовых телефонов и других портативных устройств, использующих недиагональный эффект МИ с линейным откликом на внешнее магнитное поле, был разработан и подготовлен для массового производства [117,118]. Ключевым фактором является сверхвысокая чувствительность эффекта МИ и линейный отклик на внешнее магнитное поле. Дальнейшая разработка магнитного датчика на проводной основе эффекта МИ Учиямой и другими [119] привело к достижению чувствительности около 1 пТл.

Кроме того, Жукова и коллеги рассмотрели ряд датчиков, основанных на собирающих магнитоупругих свойствах и эффекте МИ микропроводов, таких как МИ-датчик и датчик температуры, основанных на эффекте МИ в микропроводах с низкой температурой Кюри (T_c) [119] при использовании тонких покрытых стеклом микропроводов с различной геометрией и составом. Биосенсоры [120-123], также основанные на эффекте МИ в микропроводах, были разработаны и использованы для обнаружения различных типов связывания биомолекул на магнитных частицах. Новый тип техники микроволнового зондирования в свободном пространстве, основанный на включении короткого или длинного микропровода с ферромагнитным покрытием в композиты, также принимал участие в этих разработках [124].

Стоит отметить, что магнитная бистабильность является одним из самых отличительных свойств аморфного микропровода. Этот эффект потенциально

используется в технологиях магнитных датчиков. А именно задача контроль температуры по встраиваемой в различные материалы сенсорной системе может быть решена за счет применения бистабильных проводов с заданной температурой Кюри. При помощи таких датчиков можно удаленно контролировать температуру в широком диапазоне.

Принцип работы состоит в следующем: в зону контроля и измерения температуры помещаются набор бистабильных ферромагнитных проводов, а на расстоянии до 20 см располагается устройство контроля. Набор бистабильных ферромагнитных проводов состоит из проводников различного диаметра, длинны и температуры Кюри. Количество проводников определяет число контролируемых точек термограммы, диаметр проводников выбирается в диапазоне от 10 до 60 мкм, при этом длина и диаметр пропорциональны температуре Кюри. Устройство контроля состоит из намагничивающих и детектирующих катушек, а также схемой управления и контроля (рисунок 1.24).

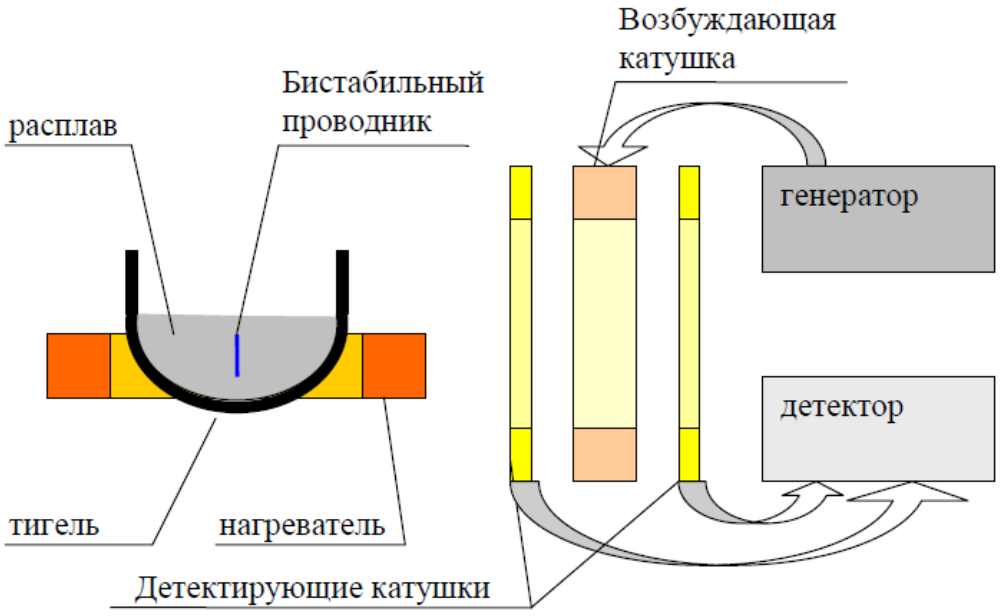

Рисунок 1.24 – Структурная схема бесконтактного измерителя температуры

При нагреве или остывании расплава детектор будет фиксировать каждый из бистабильных проводников, который перешел через точку Кюри в ту или иную сторону.

Еще одним интересным и перспективным способом применения микропроводов является датчики магнитных полей на основе МИ-эффекта. При работе в качестве датчиков магнитного поля целесообразно выводить начальную рабочую точку на середину линейного участка характеристики, для чего требуется продольное магнитное поле смещения. Оно может быть создано как катушкой или постоянным магнитом, так и

созданием магнитного поля анизотропии при изготовлении или термомеханической обработке аморфного сердечника датчика, или при приложении к нему механического напряжения. Когда аморфный ферромагнетик выводится на участок максимального импеданса при помощи механического растягивающего напряжения, внешнее магнитное поле уменьшает импеданс на участке с отрицательной крутизной. При этом вернуться на участок с положительной крутизной с помощью внешнего постоянного магнитного поля не удается.

К недостаткам сенсора магнитного поля на основе МИ эффекта можно отнести: большая величина гистерезиса, повышенная чувствительность к внешним механическим воздействиям, необходимость в соответствующем механическом напряжении или магнитном поле смещения.

К положительным моментам можно отнести возможность создания датчика без использования катушек индуктивности, относительную простоту датчика.

МИ сенсоры магнитного поля имеют перспективу применение в различных технических приложениях при работе в диапазоне сверх малых магнитных полей от 0,01 Э до 10 Э.

Одним из возможных решений является использование магнитных микропроводов со стеклянным покрытием, таких как датчики бесконтактных измерений различных параметров внутри клетки. Для контроля и изучения постимплантационных биомеханических процессов имплантатов $TiAl_6V_4$ требуется возможность беспроводного измерения температуры или давления в клетке на границе раздела ткань-имплантат. По сравнению с другими типами датчиков, которые состоят из чувствительных и передающих элементов, магнитные микропроводы со стеклянным покрытием объединяют обе эти функции в единое целое. Благодаря покрытию «Pyrex» микропровода являются биосовместимыми, и благодаря своим размерам они не вмешиваются в поверхностные структуры имплантатов [125].

Микропровода со стеклянным покрытием представляют собой композитные материалы, которые состоят из металлического ядра (диаметр от 1 до 50 мкм), покрытого стеклом (толщина 2–20 мкм) [126]. Имея положительную магнитострикцию, такие провода характеризуются магнитной бистабильностью (статическая намагниченность имеет только два значения $\pm M_s$), когда переключение между двумя намагничивания происходит в поле переключения [127]. Поле переключения чувствительно к температуре, механическим воздействиям или любым другим параметрам, которые могут быть преобразованы в них. Благодаря своим небольшим размерам, специфическим магнитным свойствам (магнитная бистабильность [128,129], магнитоупругий резонанс [130,131],

высокочастотный гигантский магнитоимпеданс [132,133] и т. д.) И стеклянному покрытию (которое обеспечивает биосовместимость), они являются идеальными материалы для чувствительных элементов в биомедицине.

Для успешного применения микропроводов в вышеупомянутых применениях очень важно найти способы управления магнитными свойствами аморфных микропроводов. Это может быть реализовано путем изменения параметров микропровода (состав, диаметр металлического сердечника и толщина стеклянной оболочки), а также путем изменения условий обработки (температура, отжиг и т. д.) [134].

На рисунке 1.25 показана структура клеток кишечника свиньи, которые выросли без (слева) и с (справа) микропроводом со стеклянным покрытием, помещенного в полость в тех же условиях. Понятно, что покрытый стеклом микропровод отлично воспринимается структурой ячейки, которая выросла по всей поверхности провода. Такой тест увеличивает возможность использования микропроводов для измерения температуры или стресса в клетке [135].

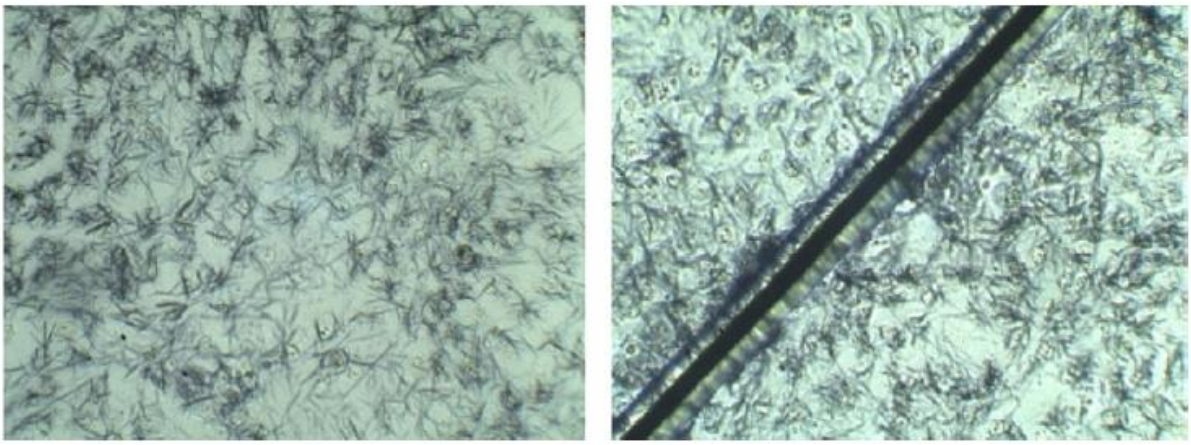

Рисунок 1.25 – Структура клеток кишечника свиньи, которые выросли без (слева) и с (справа) микропроводами со стеклянным покрытием, помещенными в пустышку

Стеклянные микропровода являются идеальными материалами для создания миниатюрных датчиков (температуры, напряжения, положения и т. д.), Которые могут быть встроены в различные структуры в инженерных или биомедицинских приложениях. Здесь был показан пример применения микропровода в биомедицине для измерения внутричерепной температуры. С другой стороны, также существуют применения микропроводов для контроля напряжения, прикладываемого к костям после травмы, или для определения эффекта остеомаляции в костях. Перед окончательным применением

микропроводов должны быть проведены клинические испытания, которые находятся в процессе.

ГЛАВА 2. Экспериментальные методы измерения и модификации параметров аморфных микропроводов

В этой главе приведены данные исследуемых образцов, их особенности и методы модификации (токовый отжиг, термический отжиг) их свойств. Рассмотрены основные методики измерения МИ характеристик проводов и петель намагничивания, а также приведены методы термообработки для модификации магнитной структуры, улучшения температурной стабильности магнитных характеристик и контроль температуры Кюри. Для исследования температурной стабильности магнитных свойств аморфных микропроводов в стеклянной оболочке, изготовленных методом Тейлора-Улитовского [136,137] с высокой температурой Кюри, был выбран микропровод состава $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}Mo_{1.69}B_{11.51}Si_{14.59}$ с T_c = 340 ºC, и имеющих общий диаметр 24,7 мкм и диаметр металлического сердечника 19,4 мкм. Для температурных датчиков были выбраны аморфные микропровода состава $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ с температурой Кюри T_c = 61,5 ºC с общим диаметром 27,3 мкм и диаметром металлической жилы 17,7 мкм и $Fe_{4.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_8Mo_{0.08}$ с $T_c = 72$ ºC с общим диаметром 31 мкм и диаметром металлической жилы 17,2 мкм.

Для анализа структурных свойств образцов была использована рентгеновская дифракция (XRD) с CuK-излучением. Фазовое превращение исследовались с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), а для исследования магнитных свойств использовались: индуктивный магнитометр (ВН-метр), векторный анализатор цепей для измерения высокочастотного импеданса. Температуру Кюри определяли по температурному поведению индуктивности, измеренной измерителем RLC на частоте 1 кГц. А также для исследования влияния температуры на амплитуду высших гармоник использовался селективный усилитель напряжения (lock-in-amplifier).

2.1. Метод измерения магнитных свойств индуктивным измерителем ВН-метр

Основной характеристикой ферромагнитного образца является его петля гистерезиса, которая может быть получена при использовании индукционного метода. В определенных случая поток от внешнего поля оказывает определенное влияние на процесс измерения, а именно: при исследовании аморфных ферромагнитных микропроводов в том случае, когда небольшую часть поперечного сечения катушки занимает исследуемый образец. Тогда важно принять во внимание наличие магнитного потока, исходящего как от внешнего магнитного поля H, так и из образца, с

намагниченностью M [138]. По следующей формуле можно вычислить уравнение магнитного потока (2.1).

$$\Phi = \mu_0[(\mathrm{A_C} - \mathrm{A}_S)H + A_S(H + M)] = \mu_0[\mathrm{A_C}H - \mathrm{A}_S M] \quad (2.1)$$

где $\mathrm{A_C}$ и $\mathrm{A_S}$ – площади поперечных сечений катушки и провода, соответственно.

Две компоненты содержит в себе ЭДС индуцированного напряжения катушки, которое может быть рассчитано по формуле (2.2).

$$\varepsilon = -\mu_0 N \frac{d(A_C H + A_S M)}{dt} = -\mu_0 N \left[A_C \frac{dH}{dt} + A_S \frac{dM}{dt}\right] \quad (2.2)$$

где N - число витков измерительной катушки.

Возникающая от внешнего магнитного поля, переменная составляющая AC(dH/dt) может быть компенсирована при использовании компенсационной катушки. Хоть катушка и идентична измерительной катушке, но подключается последовательно и встречно по отношению к измерительной катушке. Что и позволяет измерительной системе самой себя компенсировать, индуцированное в катушке ЭДС зависит от скорости изменения намагниченности исследуемого образца и равно нулю без образца. Данная зависимость записывается в виде: (2.3).

$$\varepsilon = -\mu_0 N A_S \frac{dM}{dt} \quad (2.3)$$

Намагниченность образца можно рассчитать по формуле, интегрируя по времени наведенного сигнала напряжения (2.4).

$$M = \frac{1}{\mu_0 N A_S} \int \varepsilon dt \quad (2.4)$$

Классический прибор для измерения петель гистерезиса индукционным способом во время температурного нагрева состоит из нескольких частей: температурной камеры, соленоида Гельмгольца (или катушек) для генерации магнитного поля, а также, измерительной системы, которая состоит из измерительных приборов (интегратор, осциллограф) и детектирующих катушек. Её функциональная схема изображена на рисунке 2.1.

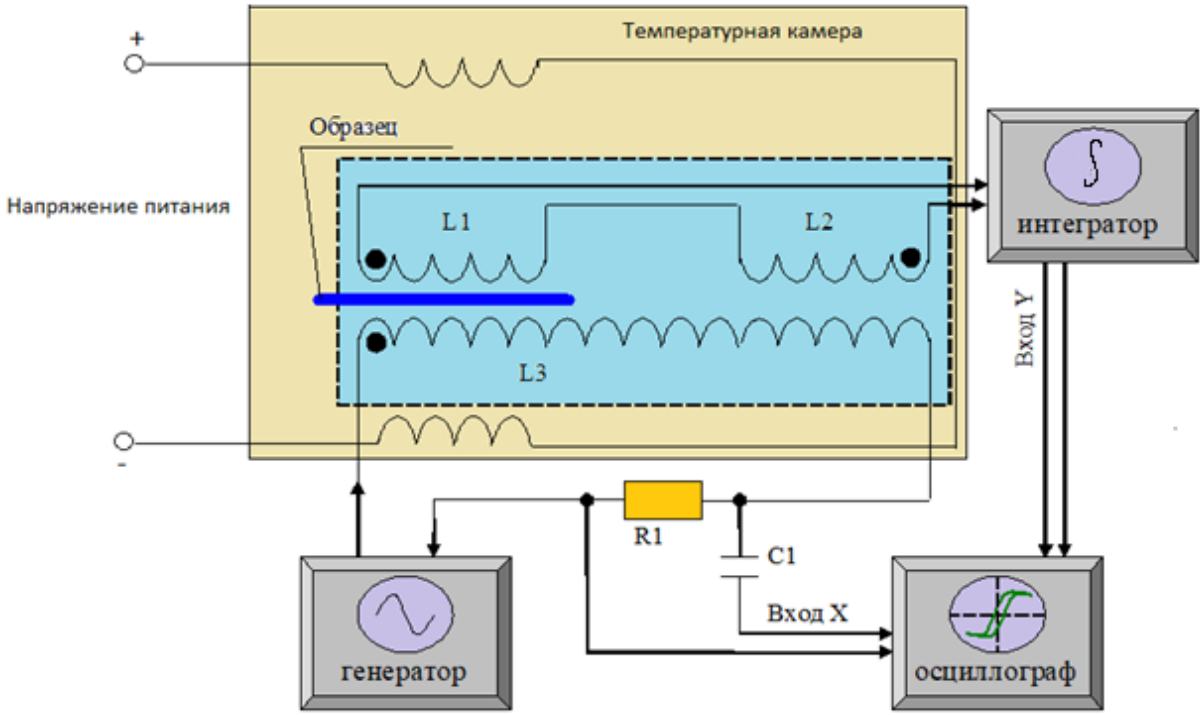

Рисунок 2.1 – Установка для измерения петли гистерезиса

Переменное магнитное поле создается при прохождении переменного тока через катушку L3. В катушках L1 и L2 индуцируется ЭДС и происходит перемагничивание образца под воздействием магнитного поля. В данном приборе катушка L2 служит для компенсации. В целях измерения наведенного магнитного потока в большинстве случаев используют аналоговый интегратор. Для того, чтобы наблюдать на экране осциллографа петлю гистерезиса, на первый вход необходимо подать сигнал, пропорционально магнитному полю, а на второй - сигнал с аналогового интегратора. Подключая последовательно резистор R1 с эталонным сопротивлением, на котором напряжение пропорционально величине магнитного поля, с возбуждающей катушкой, можно получить сигнал пропорциональный полю. При включении генератора в режиме с постоянным смещением необходимо установить фильтрующий конденсатор последовательно перед входом X осциллографа для исключения попадания постоянного напряжения.

Классическая схема для измерения становится неэффективной в том случае, если производится измерение тонких аморфных ферромагнитных микропроводов, так как индуцированная электродвижущая сила очень мала и подавляется шумом.

Поэтому для измерения петель гистерезиса микропроводов была разработана специализированная установка на основе классического метода, обладающая следующими отличительными характеристиками:

Измерительные катушки (соленоиды) с внутренним диаметром (не более 2 мм) и большим числом витков (более 2000) позволяют уменьшить уровень шумов и увеличить чувствительность;

Цифровая обработка, позволяющая в автоматическом режиме измерять сами петли, диаметр (при проведении предварительной калибровки на образце-свидетеле), коэрцитивность;

Применение встроенного цифрового низкочастотного генератора позволяет быстро и точно проводить измерения (время измерения менее 10 с) и быстро настраивать оборудование.

Установка после внесенных модификаций для регистрации петель гистерезиса показана на рисунке 2.2. Она включает следующие компоненты: измерительный блок с детектором (1), блок питания (2) и персональный компьютер с управляющей программой (3). Образец (4) помещается в детектор, расположенный на измерительном блоке внутри температурной камеры (5).

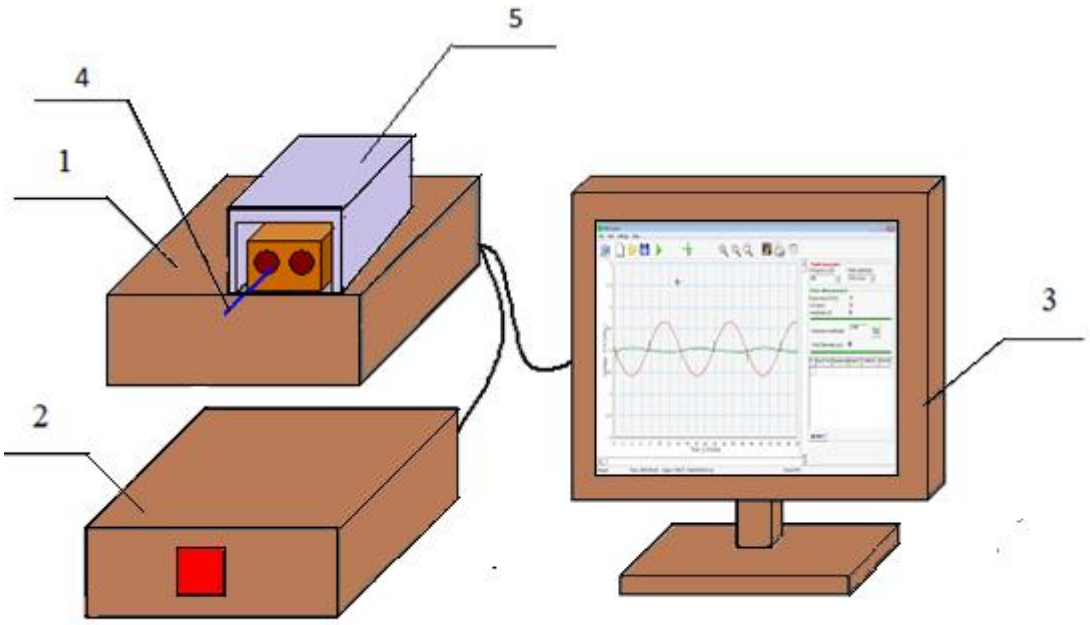

Рисунок 2.2 – Измерительная установка петли намагничивания

Основные технические характеристики модифицированной установки:

Частота переменного магнитного поля: (70 – 500) Гц;

Величина магнитного поля: (100 – 1000) А/м;

Температурная камера с нагревом от 300 К до 800 К;

Геометрия измеряемых образцов определяется параметрами катушки;

Потребляемая мощность от сети 220 В (без ПК): не более 10 Вт

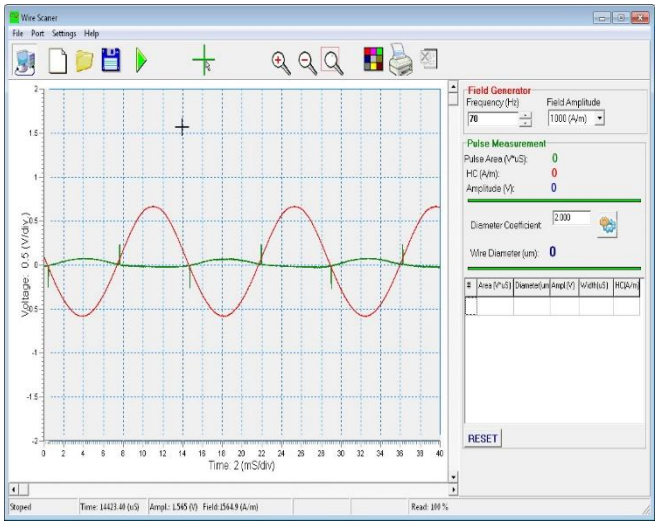

Рисунок 2.3 – Окно программы

Помимо численного интегрирования программа способна проводить фильтрацию или усреднение по нескольким измерениям. Программа создает "Exel" файл после измерения, в котором по полученным данным происходит построение петли (рисунок 2.3). Основными достоинствами модифицированной установки являются:

- увеличение чувствительности, уменьшение шумов;
- возможность автоматизированной или удаленной работы на установке.

2.2 Экспериментальные методы исследования поверхностного импеданса

2.2.1 Физические принципы измерения тензора магнитного импеданса

Электромагнитные характеристики аморфных ферромагнитных проводов на высоких частотах лучше всего описываются в рамках тензора поверхностного импеданса, который в свою очередь можно определить как коэффициент пропорциональности в векторном соотношении между тангенциальными составляющими магнитного **h** и электрического **e** полей на поверхности проводника. Эта зависимость определяется соотношением:

$$\bar{e}_t = \hat{\varsigma}\left(\bar{h}_t \times n\right) \tag{2.5}$$

где $\bar{e}_t$ и $\bar{h}_t$ - касательные вектора электрического и магнитного полей на поверхности, соответственно, **n** – единичный вектор нормали**,** направленный внутрь поверхности.

В качестве внешнего возбуждения может рассматриваться переменный электрический ток $i_w = i_0\, exp(-j\omega t)$ совместно с внешним переменным магнитным полем h_{ex}.

Напряжение V на МИ элементе определяется из баланса энергии, рассматривая внутренние потери:

$$i_w V = \frac{c}{4\pi}\int_S (\boldsymbol{e}\times\boldsymbol{h})\boldsymbol{ds}, \tag{2.6}$$

где интегрирование выполняется по поверхности проводника.

Формула (2.6) демонстрирует, что индуцированные сигналы напряжения можно определить через тангенциальные компоненты электромагнитного поля на поверхности проводника. Если рассматривать квазистатический случай, то распределение электромагнитного поля вне проводника соответствует статическому, тогда как внешнее возбуждение определяет граничные условия, к примеру, для магнитного поля $\bar{\boldsymbol{h}}_{\boldsymbol{t}}$. В цилиндрической системе координат в случае однородного цилиндрического проводника данные условия имеют вид :

$$h_\phi(a) = \bar{h}_\phi = 2i_w/ca, \qquad h_z(a) = h_{ex} \tag{2.7}$$

где a - радиус микропровода.

В таком случае, через тензор поверхностного импеданса $\hat{\varsigma}$ определяется электрическое поле на поверхности, согласно формуле (2.5). При этих условиях оказывается, что $\hat{\varsigma}$ полностью определяет наведенный внешним переменным магнитным полем сигнал, а происхождение поля h не имеет значения.

Так как поверхностный импеданс имеет тензорную форму, переменный ток $\mathrm{i_W}$ в магнитном проводнике индуцирует сигнал напряжения как в катушке V_C, намотанной на проводник, так и на концах проводника V_W. Аналогично, ток в катушке $\mathrm{i_C}$, намотанной на магнитный проводник, индуцирует напряжение как во вторичной катушке, так и на концах проводника. Таким образом, для магнитного проводника можно ввести понятие тензора импеданса и обобщить закон Ома для переменного тока, записав в следующем виде :

$$\bar{V} = \hat{Z}\bar{\imath} \tag{2.8}$$

$$\bar{V} = \begin{pmatrix} V_W \\ V_C \end{pmatrix}, \hat{Z} = \begin{pmatrix} Z_{ZZ} & Z_{\phi Z} \\ Z_{Z\phi} & Z_{\phi\phi} \end{pmatrix}, \quad \bar{\imath} = \begin{pmatrix} i_W \\ i_C \end{pmatrix} \tag{2.9}$$

Компоненты тензора $\hat{Z}$ пропорциональны соответствующим компонентам тензора поверхностного импеданса и могут быть записаны с их использованием:

$$Z_{ZZ} = \frac{2l}{ca}\varsigma_{ZZ} \tag{2.10}$$

Следовательно, тензор поверхностного импеданса выражается через измеряемые величины и определяется как:

$$\varsigma_{ZZ} = \frac{V_W}{h_\phi l} = \frac{ca}{2l}\frac{V_W}{i_W} \tag{2.11}$$

$$\varsigma_{\phi Z} = \frac{V_C}{\bar{h}_\phi(2\pi a N_1)} = \frac{c}{4\pi N_2}\frac{V_C}{i_W} \tag{2.12}$$

$$\varsigma_{Z\phi} = \frac{V_W}{\bar{h}_Z l} = \frac{c}{4\pi N_1}\frac{V_W}{i_C} \tag{2.13}$$

$$\varsigma_{\phi\phi} = \frac{V_C}{\bar{h}_\phi 2\pi N_1 a} = \frac{c}{a(4\pi)^2 N_1 N_2}\frac{V_C}{i_C} \tag{2.14}$$

где N_1, N_2 число витков на единицу длины в возбуждающей (первичной) и детектирующей(вторичной) катушках, соответственно.

2.2.2 Экспериментальный стенд для измерения тензора магнитоимпеданса

Была собрана измерительная установка, изображенная на рисунке 2.4, для исследования тензора магнитного импеданса в аморфных микропроводах при температурном нагреве. В её основе лежит двухпортовый векторный анализатор цепей (HP 8753E), которым можно управлять при помощи специальной программы на ПК. Программа также управляет импульсным генератором (Agilent 33120A). Для возбуждения постоянного магнитного поля в катушке импульсный генератор формирует уровень постоянного напряжения. Так как импульсный генератор не может обеспечить достаточную величину тока, в схему были добавлены источник питания и операционный усилитель. Измерительная ячейка для образцов находится в температурной камере, и все

вместе размещено внутри катушек Гельмгольца. Измерительная ячейка подключена ВЧ кабелями к анализатору. Для подачи в измерительную ячейку с образцом постоянной составляющей тока необходим дополнительный источник питания. Все измерения проходят автоматически и управляются программой, разработанной в среде National Iinstruments.

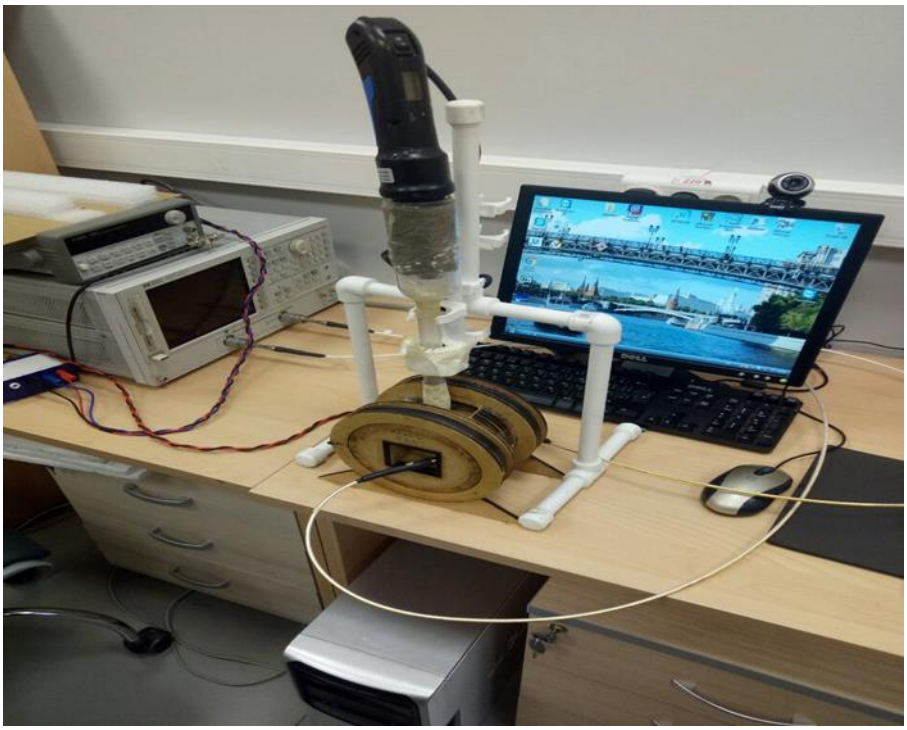

Рисунок 2.4 – Фотография стенда для измерения тензора магнитного импеданса

Электрические схемы специально разработанных для измерений ячеек продемонстрированы на рисунке 2.5. Ячейки подключаются к приемо-передающим портам при помощи SMA соединителей. Часть микропровода длиной не более 2 см припаивается в измерительную ячейку, которая в свою очередь подсоединена к нагревательному элементу для поддержания нужной температуры при измерении и находится в температурной камере. По микропроводу в общем случае может протекать постоянный ток смещения. Поэтому нужно стремится не допустить попадание постоянного тока в векторный анализатор и использовать фильтрующие конденсаторы. Любая составляющая компонента импеданса определяется по измерению параметра S_{21} (прямая трансмиссия). А он определяется отношением $S_{21}=V_{out}/V_s$, V_{out} соответствует выходному сигналу, а Vs - сигналу возбуждения.

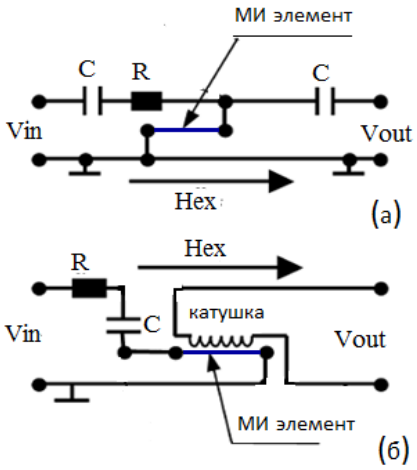

Рисунок 2.5 – Схема измерительных ячеек: а – для продольного диагонального импеданса; б – для недиагонального импеданса.

Величина внешнего магнитного поля H_{ex} изменяется с постоянным шагом от одного измерения к другому, при помощи изменения постоянного напряжения на генераторе магнитного поля, а частота переменного сигнала фиксируется. Нелинейные динамические процессы, которые связанны с необратимым смещением доменных границ или с вращением намагниченности, исключаются, так как амплитуда тока высокочастотного возбуждающего сигнала устанавливается меньше 1 мА.

2.3. Метод определения температуры Кюри в аморфных микропроводах

Стоит также отметить, что в данной работе был применен специально разработанный метод по детектированию температуры Кюри в аморфных микропроводах. Он заключается в том, что по изменению значения относительной магнитной индукции определяется точка перехода ферромагнетика в парамагнетик. В изготовленную на кафедре измерительную систему входят следующие элементы: изоляционная камера резистивного нагрева с термопарой, катушка для снятия значения индуктивности, в которую помещается микропровод для нагрева, и измеритель иммитанса «Е7-20» (рисунок 2.6). Детектирование значения индуктивности производится при охлаждении температурной камеры, а значение фиксируется каждые полградуса в целях уменьшения погрешности измерения. В области температуры Кюри при переходе из парамагнитного в ферромагнитное состояние происходит резкое скачкообразное нарастание значения относительной магнитной индуктивности.

Для всех образцов до и после отжига температуру Кюри определяли по температурному поведению магнитной проницаемости, измеренной измерителем RLC на частоте 1 кГц. Измеритель RLC помещали в термоизолированную камеру, и температуру вблизи образца измеряли с помощью термопары. Температурная зависимость параметра проницаемости оценивается путем измерения индуктивности катушки с микропроводом $L(T)$ и без микропровода $L_0(T)$ как

$$\mu(T) = \frac{L-L_0}{L_{max}-L_0}, L_{max} = L(room\ temperature) \quad (2.15)$$

В качестве примера температурной зависимости $\mu(T)$ показаны такие зависимости для образца $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ в исходном и отожженном состоянии на рисунке 2.7.



Рисунок 2.6 – Экспериментальная установка для измерения относительной магнитной индуктивности при разных температурах

Видно, что при определенных температурах начинается резкое уменьшение параметра $\mu(T)$, который в этом интервале изменяется почти линейно и падает до нуля. Эта температура и принималась за значение температуры Кюри.

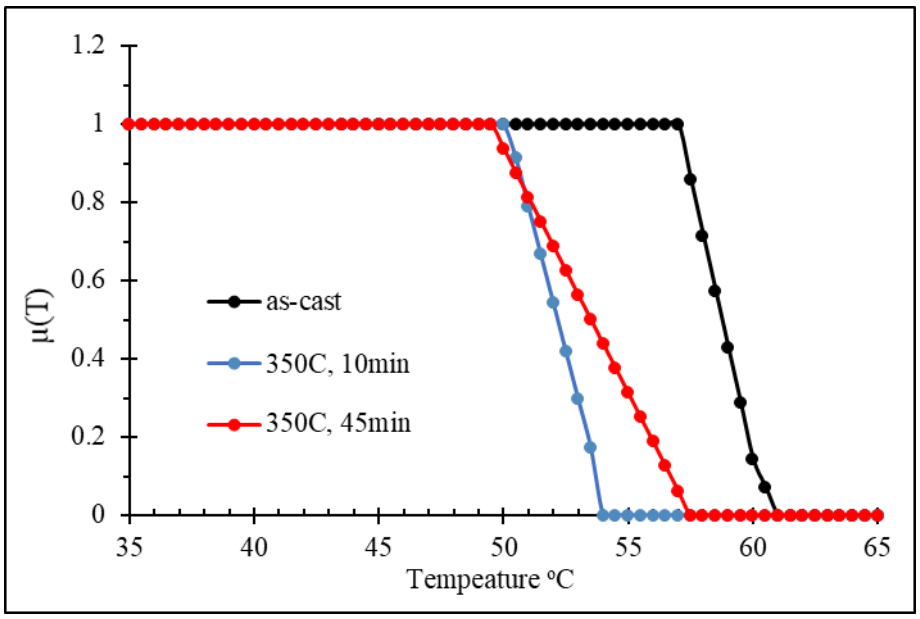

Рисунок 2.7 – Температурная зависимость параметра проницаемости $\mu(T)$ для образца $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ в исходном состоянии и после отжига при 350 °C в течение 10 и 45 минут.

Таким образом, определение точки перехода из ферромагнитного состояния в парамагнитное осуществляется по графику зависимости относительной индуктивности от температуры микропровода, а именно при первой температуре при охлаждении, для которой начинается резкое возрастание.

2.4 Изотермический и токовый отжиг аморфных микропроводов

Свойства аморфных сплавов, в частности, аморфных микропроводов, определяются их структурой. Как известно, в аморфных сплавах не смотря на имеющееся изотропное атомное распределение, наблюдается локальная анизотропия структуры и свойств. Причину возникновении анизотропии можно объяснить тем, что в процессе затвердевания при быстром охлаждении жидкости движение атомов неоднородно. Поэтому характеристики атомного распределения в аморфном сплаве, его химический состав, плотность и внутренние напряжения в зависимости от способа и условий производства имеют локальные различия.

Для улучшения термической стабильности и свойств аморфных сплавов применяют различные виды термообработки, такие как, отжиг в магнитном поле, изотермический отжиг, отжиг при воздействии механических напряжений. Структура аморфных сплавов после их получения остается неравновесной. При нагреве в аморфной

фазе происходят структурные изменения. Обычно сюда относят: значительное изменение свободных промежутков в структуре (свободного объема); изменение геометрического (топологического) ближнего порядка; изменение химического ближнего порядка. Процессы изменения свободного объема и релаксации остаточных напряжений обычно называют структурной релаксацией. Изменение топологического ближнего порядка и химического ближнего порядка предшествуют процессу кристаллизации. Однако данные процессы часто протекают совместно, и их характерные параметры (температура, время) зависят от состава сплава.

Длина образца для отжига и определения электрического сопротивления до и после термообработки была взята равной 15 см, чтобы избежать возможной неоднородности геометрии по длине. Процесс отжига проводился в программируемой печи на воздухе при разных температурах, варьирующихся от 150 до 500, и в течение разных периодов времени от 2,5 до 60 мин. Для всех обработок отжигом электрическое сопротивление проволоки не показало заметных изменений, что использовалось для быстрой проверки сохранения аморфной структуры.

При проведении токового отжига микропроводов непосредственное измерение их температуры затрудненно в силу ряда факторов (герметичный корпус, малая площадь поверхности микропровода, создаваемый градиент температур в микропроводе при установке датчика).

Поставленная цель достигается тем, что в разработке применен новый принцип измерения температуры микропровода, так же предложено оборудование для проведения измерений. Непосредственное измерение температуры происходит на образце свидетеле, температура которого устанавливается равной температуре исследуемого образца при помощи блока управления и нагревательной платформы. Таким образом исключенный тепловой отток от измеряемого микропровода позволяет минимизировать градиент температуры внутри провода. Чувствительность операционного усилителя и инерционность нагревательной платформы позволяют контролировать температуру на образце-свидетеле с точностью до 1°C в диапазоне температур до 200°C.

Образцы проволоки были отожжены путем пропускания постоянного тока I_{ann} = 15-50 мА от стабилизированного источника питания. Это соответствует плотности тока (48-143) А/мм2. Возможное начало кристаллизации контролируется путем измерения сопротивления постоянному току, которое показывает значительное падение, когда плотность тока превышает 140 А/мм2. Время отжига варьировалось от 10 до 60 мин. Провода были прикреплены к образцу держателя длиной 15 см с помощью чисто проводящего олова. Образцы отжигались как в исходном виде (в стеклянном покрытии),

так и после снятия покрытия химическим методом с использованием раствора плавиковой кислоты, как предложено в [139]. Стекло не прилипает к металлической поверхности, что облегчает процесс, однако необходимо соблюдать осторожность, чтобы избежать травления металлической поверхности. По этой причине концентрация HF постепенно снижалась, чтобы замедлить скорость травления, и весь процесс контролировался оптически. В конце оставшееся стекло промывали водой. Метод удаления стекла на месте был недавно предложен в [140], который позволяет одновременно измерять магнитные параметры при непрерывном истончении стекла.

Повышение температуры при токовом отжиге зависит не только от плотности тока, но и от диаметра микропровода. Таким образом, в случае аморфных проволок большого диаметра 120 мкм плотность тока 32,1 А/мм2 соответствовала температуре 568 К, которая была установлена путем измерения намагниченности насыщения во время отжига [141] и сравнения полученных значений с температурной зависимостью намагниченностьи. Для сверхтонких проводов требуются гораздо более высокие плотности тока, чтобы достичь таких температур. В случае аморфных микропроводов на основе Co с диаметром сердечника 10 мкм кристаллизация осуществлялась при плотности тока 470 А/мм2 [142]. Для оценки температуры отжига как функции плотности тока и геометрии микропровода (d, d/D) использовалось стационарное уравнение преобразования электрической энергии в тепловую энергию с конвекцией и радиационным теплообменом (стабильная температура во время отжига достигается менее чем за секунду):

$$j^2\rho = \frac{4D}{d^2}\left(h(T - T_{ex}) + \varepsilon\alpha(T^4 - T_{ex}^4)\right) \qquad (2.16)$$

Здесь ρ - удельное электрическое сопротивление, h - коэффициент охлаждения по закону конвективного охлаждения Ньютона, ε - коэффициент излучательной способности, $\alpha = 5.67 \cdot 10^{-8}\, W/m^2/K^4$ - постоянная Стефана-Больцмана и T_{ex} - температура окружающей среды.

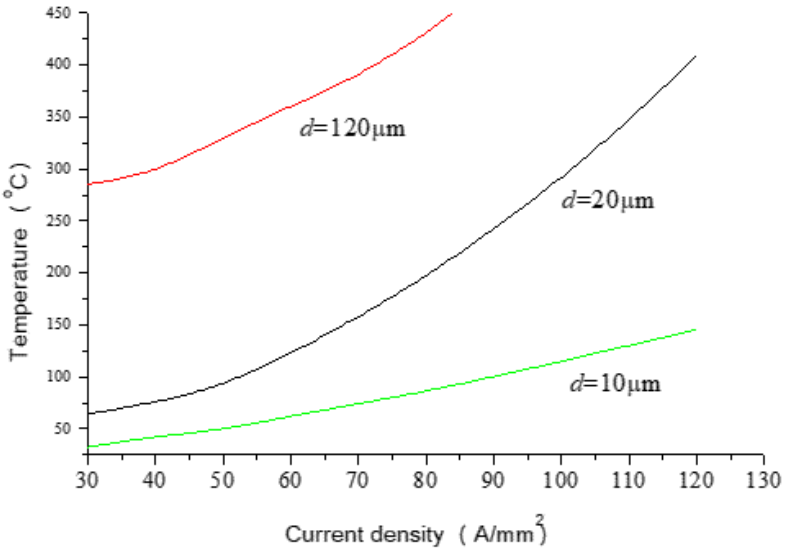

Рисунок 2.8 – Зависимость температуры в микропроволоке от плотности тока во время отжига. Расчет проводился с использованием уравнения (2.16) со следующими параметрами: $\rho = 130\ \mu\Omega \cdot cm$, $h = 2.1\ W/m^2/K$, $\varepsilon = 0.35$, $T_{ex} = 300K$, $d = D$. Выбранные тепловые параметры h, ε дают значения температуры при отжиге, согласующиеся с предыдущими результатами [143,144].

2.5 Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

Аморфное состояние обработанных проводов было подтверждено с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) с использованием калориметра DSC 204 F1 Netzsch. Измерения ДСК проводились при скорости нагрева 10 К/мин в атмосфере Ar. Характерные температуры (температура первичной кристаллизации T_{cr} и температура Кюри T_c) были найдены по кривым ДСК с использованием стандартных приложений IT.

2.6 Методика измерения зависимости высших гармоник от температуры

Для исследования влияния температуры на амплитуду высших гармоник сигнала электрического напряжения, возникающего при перемагничивании, использовался селективный усилитель напряжения (lock-in-amplifier). Принципиальная схема модернизированной установки для спектральных измерений с температурной камерой с

целью получения зависимостей амплитуд высших гармоник от температуры приведена на рисунок 2.9.

Для измерения зависимости амплитуд высших гармоник от температуры были использованы дифференциальные катушки в виде соленоида, соединенные последовательно друг с другом. Эти катушки идентичны, но включены встречно относительно друг друга. Тогда измерительная система сама себя компенсирует, индуцированное в катушки ЭДС зависит только от скорости изменения намагниченности образца и равно нулю в отсутствие образца.

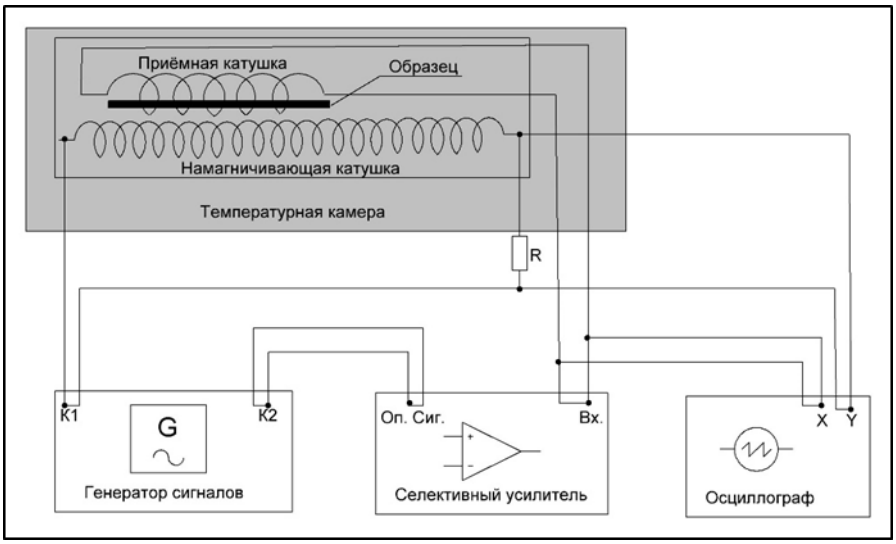

Рисунок 2.9 – Принципиальная схема модернизированной установки (Lock-in amplifier) с температурной камерой для измерения зависимости амплитуд высших гармоник от температуры

ГЛАВА 3 Влияние температуры на магнитную структуру и МИ в аморфных микропроводах при T<<Tc

В третьей главе представлены экспериментальные исследования влияния температуры на магнитную структуру и МИ в аморфных микропроводах при температурах, много меньших критических температур ($T \ll T_c$, $T \ll T_{cr}$). Приведён механизм влияния температуры на магнитную структуру и МИ при $T \ll T_c$. Обусловлена важность стабилизации магнитных свойств и МИ путем термообработки (термический и токовый отжиг). Также было исследовано влияние стеклянной оболочки на внутренние механические напряжения и, соответственно, на температурные зависимости магнитной анизотропии и МИ.

3.1 Механизмы влияния температуры на магнитную структуру и магнитоимпеданс при T<<Tc

Внутренние напряжения в аморфных микропроводах со стеклянной оболочкой возникает из-за неоднородности закалки, условий вытяжки и различных коэффициентов теплового расширения стекла и металла. Термоупругие напряжения возникают в результате охлаждения от температуры затвердевания до комнатной температуры. Все эти вклады имеют сильную температурную зависимость благодаря структурной релаксации метастабильного аморфного состояния и релаксации термоупругих напряжений при нагревании композитного микропровода (металл-стеклянная оболочка) даже до относительно невысоких температур порядка 40-60 ℃ .

Магнитная анизотропия в аморфных сплавах имеет два основных вклада, обусловленных усредненной магнитокристаллической анизотропией или анизотропией, индуцированной отжигом в магнитном поле, и магнитоупругой анизотропией. Магнитная энергия U определяется как

$$U = U_m - \boldsymbol{M} \cdot \boldsymbol{H}_{ex}, \qquad (3.1)$$

$$U_m = -K\,(\boldsymbol{n_k} \cdot \boldsymbol{M})^2/M^2 - \frac{3}{2}\lambda_s(\hat{\sigma}\boldsymbol{M}) \cdot \boldsymbol{M}\,/M^2$$

Здесь $\boldsymbol{M}$ - статическая намагниченность, $\boldsymbol{H}_{ex}$- внешнее поле, K - константа одноосной анизотропии, которая не связана с магнитоупругим взаимодействием, $\boldsymbol{n_k}$- направление одноосной легкой анизотропии, λ_s- коэффициент магнитострикции, а $\hat{\sigma}$- тензор напряжений, включающий вклад внутренних и внешних составляющих. Внутренние напряжения могут иметь довольно сложное распределение. Часто предполагается наличие

осевых напряжений σ_i (растяжение провода со стеклянной оболочкой) или кручения σ_t (рисунок 3.1а). Последнее соответствует эффектам растяжения и сжатия $\pm\sigma_t$, направленных перпендикулярно друг другу и под углом 45° относительно оси провода. Комбинация всех этих вкладов приводит к одноосной анизотропии спирального типа, описываемой углом α относительно оси проводов:

$$U_m = -\left|\widetilde{K}\right| cos^2(\alpha - \theta) \qquad (3.2)$$

$$\widetilde{K} = \frac{K + (3/2)\lambda_s\sigma_i}{\cos 2\tilde{\alpha}}, \qquad \tilde{\alpha} = \frac{1}{2}\, tan^{-1}\frac{3|\lambda_s|\sigma_t}{|K + (3/2)\lambda_s\sigma_i|} \qquad (3.3)$$

Здесь θ - угол между $\boldsymbol{M}$ и осью провода. Легкий угол α зависит от знака эффективной константы анизотропии $\widetilde{K}$: если $\widetilde{K}$ положительна, $\alpha = \tilde{\alpha} < 45°$, а для $\widetilde{K}$ <0 угол α = 90 ° − $\tilde{\alpha}$. В случае $K + (3/2)\lambda_s\sigma_i = 0$ эффективная анизотропия $\widetilde{K} = 3|\lambda_s|\sigma_t$ и α = 45 °.

В аморфных и нанокристаллических сплавах магнитострикция может существенно зависеть от $\hat{\sigma}$. Зависимость от растягивающего напряжения имеет вид:

$$\lambda_s(\sigma_i) = \lambda_s(0) - \beta\sigma_i \qquad (3.4)$$

Здесь $\lambda_s(0)$- значение магнитострикции в ненапряженном состоянии. Параметр β находится в пределах $(1-6)\cdot 10^{-10}$MPa^{-1}. Это означает, что при достаточно высоком σ_i магнитострикция может быть отрицательной, даже если $\lambda_s(0) > 0$, а направление легкой оси анизотропии близко к циркулярному, если $\sigma_i \gg \sigma_t$. С повышением температуры внутреннее напряжение снимается, магнитострикция становится положительной, а направление легкой оси анизотропии поворачивается ближе к оси провода. Возможное преобразование легких осей анизотропии путем изменения σ_i показано на рисунке 3.1б. Видно, что при увеличении температуры и снятии внутренних напряжений происходит уменьшение угла α вплоть до нуля. При дальнейшем уменьшении внутренних осевых напряжений легкая ось снова отклоняется от оси провода, что связано с влиянием напряжений кручения. При этом характер кривых намагничивания меняется: наклонная плоская петля превращается в прямоугольную петлю, а область гистерезиса значительно увеличивается.

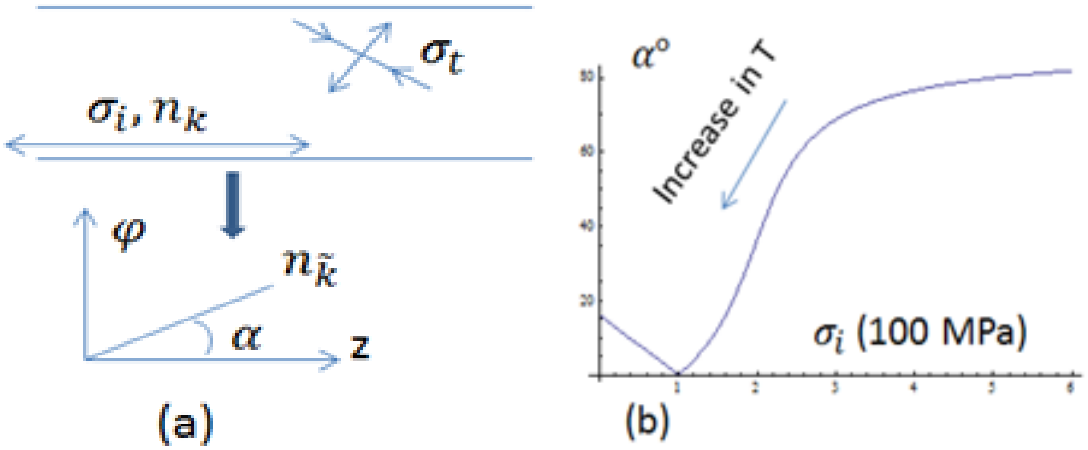

Рисунок 3.1 - а) - Вклады различных напряжений в ориентацию легкой оси эффективной анизотропии, б) - зависимость угла легкой анизотропии α (относительно оси провода *z*) от растягивающего напряжения σ_i. Параметры, используемые для расчета: $\lambda_s(0) = 3 \cdot 10^{-7}$, $\beta = 2 \cdot 10^{-10} MPa^{-1}$, $\sigma_t = 40\ MPa$, $2K/M = 1\ \ Oe$.

В качестве аморфного сплава с высокой T_c используется состав $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}B_{11.51}Si_{14.59}Mo_{1.69}$, который обеспечивает хорошие магнитно-мягкие свойства и подходит для МИ приложений. Провода со стеклянным покрытием этого состава имели общий диаметр 24,7 мкм и диаметр металлического сердечника 19,4 мкм. Температура Кюри, определенная из кривых ДСК, составляет 340°C (рисунок 3.2). При комнатной температуре в исходном состоянии магнитострикция отрицательна, и ее величина составляет около -10^{-7}.

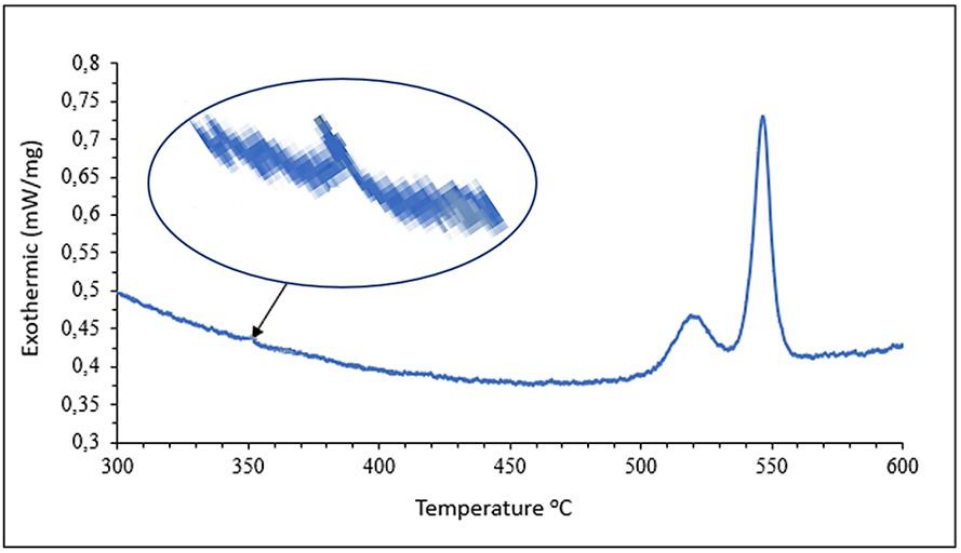

Рисунок 3.2 - Кривая ДСК микропроводов состава $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}Mo_{1.69}B_{11.51}Si_{14.59}$. Вставка показывает точку перегиба на кривой ДСК, которая используется для определения температуры Кюри.

Кривые гистерезиса, измеренные индуктивным методом для разных температур, показаны на рисунке 3.3. Видно, что при комнатной температуре наблюдается наклонный (плоский) гистерезис с низким отношением остаточного значения к насыщению. Повышение температуры приводит к трансформации кривой намагничивания, которая становится прямоугольной с остаточным значением, почти равным насыщению. Такие изменения в магнитном гистерезисе свидетельствуют, что с ростом температуры направление легкой анизотропии изменяется от циркулярного к осевому. Это можно объяснить релаксацией внутренних напряжений и возможным изменением знака магнитострикции (с отрицательного на положительный, согласно (3.4)) при нагреве. Изменение легкой анизотропии с температурой приводит к соответствующему изменению зависимости импеданса от поля, которая показана на рисунке 3.4. Когда легкая ось поворачивается ближе к оси провода, магнитная проницаемость μ_1 увеличивается, и в итоге импеданс достигает максимума при $H_{ex} = 0$. Изменение импеданса в слабых полях составляет почти 200 % при нагреве до температуры 70 °C. При дальнейшем увеличении температуры максимум импеданса уменьшается, что соответствует увеличению эффективной анизотропии. Видно, что действительная и мнимая часть импеданса ведут себя одинаково.

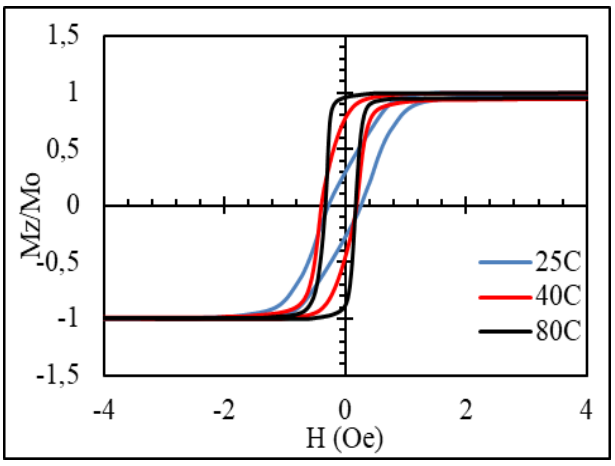

Рисунок 3.3 - Петля гистерезиса микропроводов со стеклянной оболочкой состава $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}B_{11.51}Si_{14.59}Mo_{1.69}$ при разных температурах

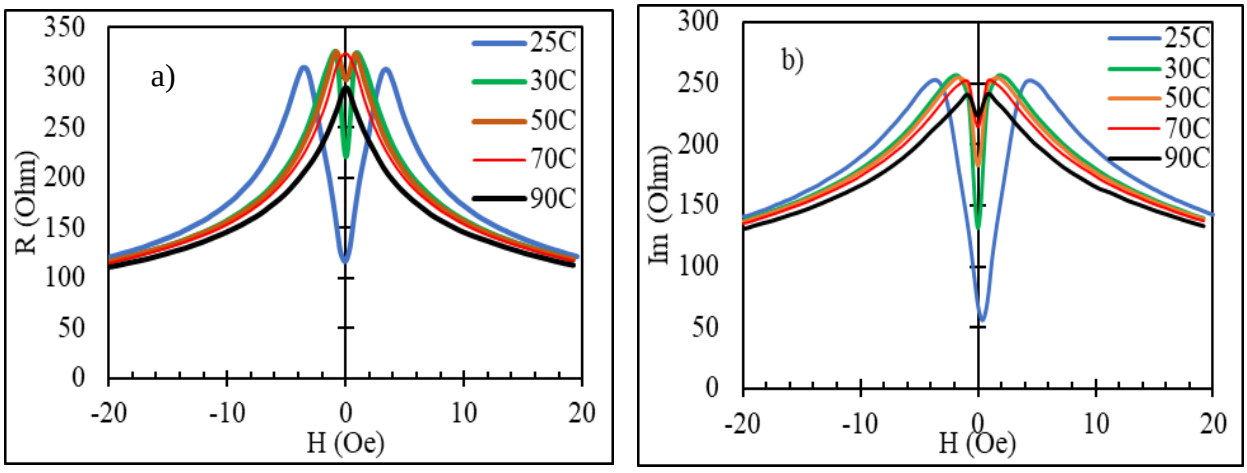

Рисунок 3.4 - а) Действительная и б) мнимая части импеданса исходных микропроводов состава $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}B_{11.51}Si_{14.59}Mo_{1.69}$ при разных температурах. Измерения проводились на частоте 40МГц.

3.2 Стабилизация магнитных свойств и МИ с помощью отжига

3.2.1 Термический отжиг

Термическая обработка приводит к релаксации внутренних напряжений, включая термоупругие напряжения. В результате константа магнитострикции становится положительной, что создает анизотропию вдоль направления локальной намагниченности в ферромагнитных доменах. Наличие остаточного растягивающего напряжения выравнивает намагниченность и индуцирует легкую ось вдоль напряжения, если магнитострикция положительна. Таким образом, индуцированная анизотропия слабо

зависит магнитострикционного взаимодействия и помогает избежать больших колебаний температуры (рисунок 3.5а). Отжиг проводился при температуре 300°C в течение различного времени (5-15 минут). Однако при отжиге в течение более короткого времени импеданс все еще демонстрировал изменения с температурой. На рисунке 3.5б показано, что при оптимизации времени отжига может быть достигнута хорошая температурная стабильность, но внешнее магнитное поле не приводит к переориентации статической намагниченности (кривые МИ с одним пиком) и максимальная чувствительность уменьшается.

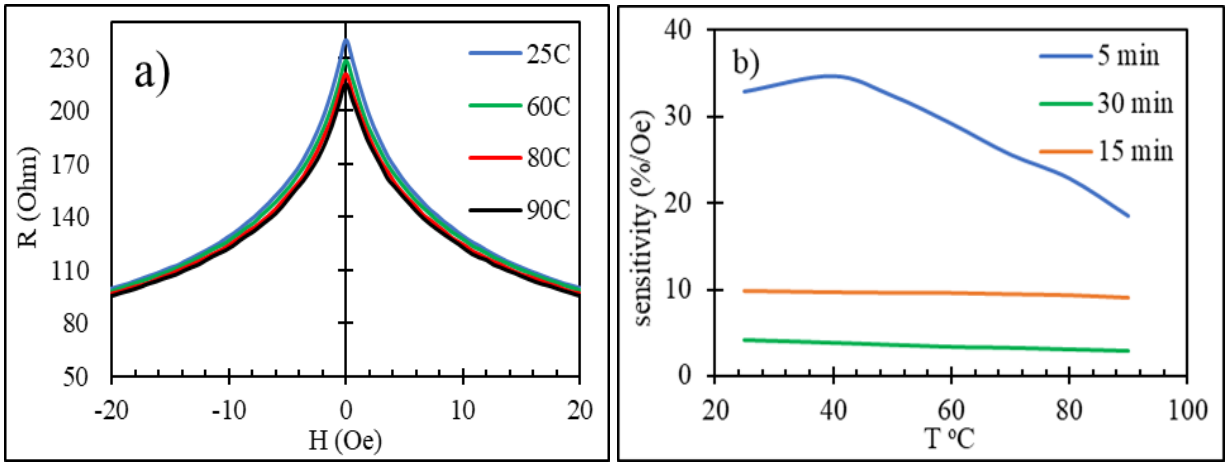

Рисунок 3.5 - a) - Реальная часть импеданса микропровода со стеклянной оболочкой, отожжённого при 300 ^{0}C в течении 5мин состава $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}B_{11.51}Si_{14.59}Mo_{1.69}$ при разных температурах. b) – Чувствительность , определенная как $100\%|\Delta Z/Z_{sat})|/H_m$, где Z_{sat} –модуль импеданса в больших полях и H_m соответствует диапазону поля наибольшего изменения импеданса. Частота измерений- 40 MHz.

Прямоугольная петля гистерезиса наблюдалась после отжига, что указывало на наличие осевой легкой анизотропии, которая не показала заметных изменений с температурой (рисунок 3.6).

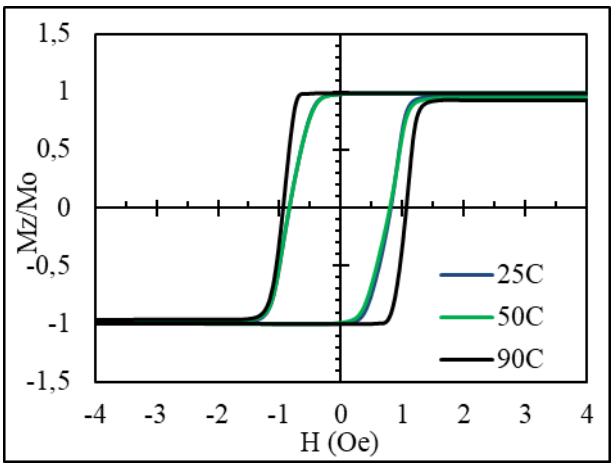

Рисунок 3.6 - Петля гистерезис микропроводов со стеклянной оболочкой отожжённого при 300 °C в течении 5мин состава $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}B_{11.51}Si_{14.59}Mo_{1.69}$ при разных температурах

3.2.2 Отжиг с помощью тока

Чтобы избежать огромных изменений в магнитной структуре и связанных с ней температурных зависимостей, необходимо исключить разрушительные эффекты магнитоупругих взаимодействий и установить равномерную одноосную анизотропию. Для получения большей чувствительности МИ к температуре необходимо получить циркулярную анизотропию достаточно малой величины. Это было сделано при помощи токового отжига.

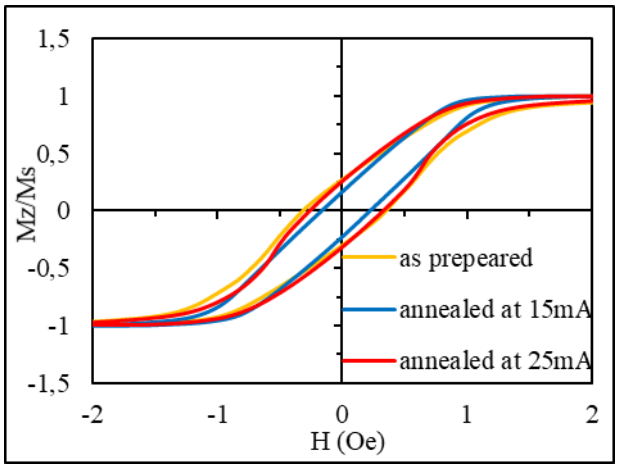

Рисунок 3.7 - Сравнение петель гистерезиса исходных и отожженных током микропроводов током 15 мА (~ 95 °C) и 25 мА (~ 190 °C) в течение 1 часа.

После токового отжига, который вызывает нагрев в присутствии кругового магнитного поля, петли гистерезиса слегка изменяются, как показано на рисунке 3.7. Нагревание приводит к снятию напряжений и уменьшению магнитоупругой анизотропии. В то же время индуцируется одноосная анизотропия с легкой осью вдоль окружности. Образование анизотропии связано с направленным упорядочением атомных пар вдоль локальных спонтанных намагниченностей, которые выровнены круговым магнитном полем, индуцированном током. Величина индуцированной анизотропии K_U зависит от состава сплава и условий отжига [50]. Сплавы на основе одного 3d-элемента (в нашем случае Co) имеют гораздо меньшую индуцированную анизотропию. Равновесное значение K_U пропорционально квадрату намагниченности насыщения, взятому при температуре отжига T_{ann}. Следовательно, T_{ann} должна быть достаточно ниже, чем T_c. Однако, при низкой T_{ann} кинетика процесса слишком медленная и равновесие не достигается. Мы обнаружили, что наилучшая температурная стабильность эффективной анизотропии и процессов намагничивания достигается при умеренном токе отжига 25 мА, что соответствует температуре отжига около 190 °C.

Влияние температуры (менее 100°C) на наведенную анизотропию несущественно, однако отжиг не устраняет полностью внутренние напряжения. Напряжения, связанные с быстрым затвердеванием, ослабляются, однако напряжения, связанные с разницей в коэффициентах теплового расширения стекла и металла, не полностью устраняется при нагревании и могут быть причиной изменений магнитных свойств от температуры. При увеличении наведенной анизотропии их влияние уменьшается. Кривые намагничивания микропроводов после токового отжига для различных температур представлены на рисунке 3.8. При силе тока 15 мА, повышение температуры до 90°C не изменяет форму петли гистерезиса, хотя угол наклона увеличивается. Кривые гистерезиса проводов, отожженных током 25 мА, не показывают заметных изменений при температурах до 60°C.

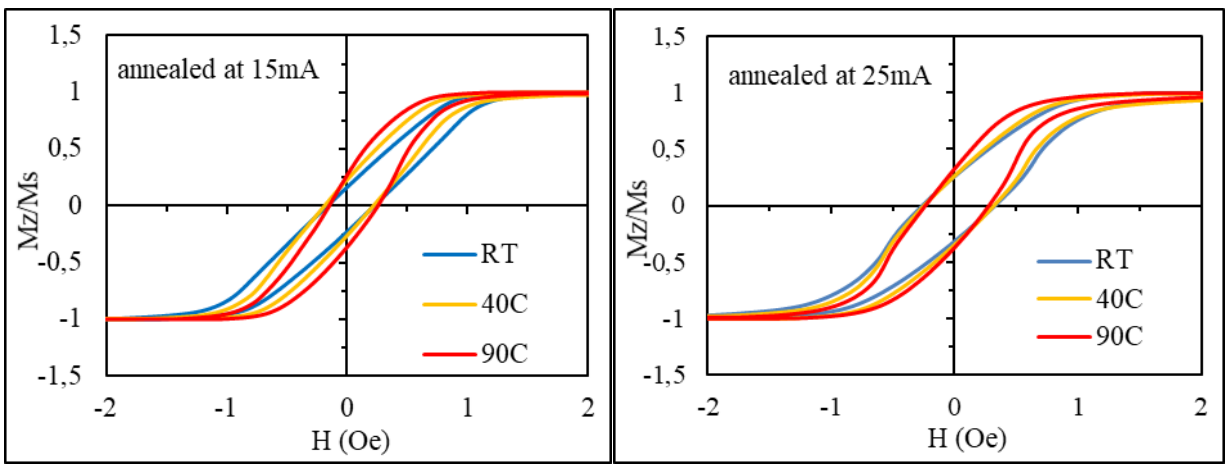

Рисунок 3.8 - Петли гистерезиса аморфных микропроводов со стеклянной оболочкой, отожженных током при разных температурах. (a) I_{ann} =15 мА, (b) I_{ann} =25 мА.

Поведение магнитного импеданса в проводах после токового отжига не значительно изменяется с колебанием температуры (рисунок 3.9), поскольку влияние внутренних напряжений практически устранено. Замечено, что значение H, где импеданс имеет максимум, выше, чем можно было бы ожидать из кривых гистерезиса. Это значение может быть присвоено эффективному полю круговой анизотропии H_K. Для отожженных по току проводов с $I_{ann} = 25\,mA$, $H_K = 9\,Oe$ и почти в два раза выше, чем у подготовленных проводов при комнатной температуре. Относительное изменение импеданса (отношение МИ) определяется как $\Delta Z/Z_0 = |Z(H) - Z_0)/Z_0|$ где Z_0 - значения импеданса в нулевом поле. Учитывая комнатную температуру MI, максимальное значение $\Delta Z/Z_0$ после отжига тока увеличивается с 200% до 405%, что меньше, чем опубликованные отношения MI около 600% в аморфных микропроводах после отжига тока [146-149]. Однако нашей целью было достижение термостабильности и достаточно высокой чувствительности. Чувствительность $\eta = \Delta Z(H)/Z_0/\Delta H$ оценивается в области поля менее 5 Э, где полное сопротивление отожженных проводов имеет линейный и температурно-устойчивый характер. Значение η немного уменьшается после отжига тока с 62,5% / Э до 59% / Э в результате относительно высокого значения H_K. Значение H_K для $I_{an} = 15$ мA меньше, но температурные колебания характеристик МИ больше.

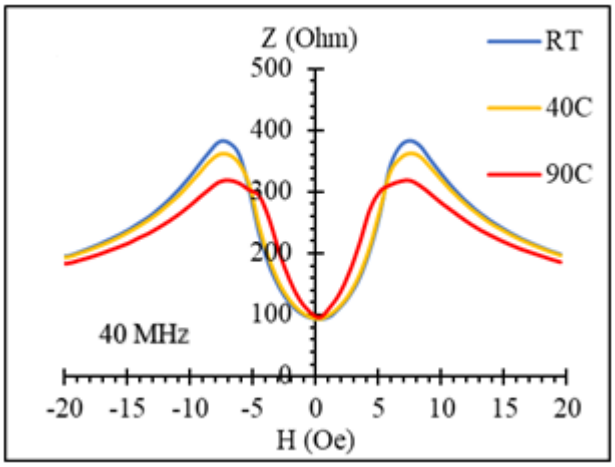

Рисунок 3.9 - Полевые зависимости импеданса микропроводов со стеклянной оболочкой для различных температур после токового отжига с $I_{ann} = 25$ мА. Частота измерения- 40 МГц.

3.3 Влияние стеклянной оболочки на температурные зависимости магнитной анизотропии и МИ

Известно, что эффективные параметры анизотропии (поле и направление анизотропии, коэрцитивная сила) зависят от соотношения диаметров металлической жилы к общему диаметру (d/D), которое контролирует термоупругие напряжения [144,145]. Поэтому интересно исследовать температурное поведение МИ в проводах без стеклянного покрытия.

Кривые гистерезиса проводов после снятия стекла в исходном и отожженном состояниях показаны на рисунке 3.10. После снятия стекла форма кривой гистерезиса изменяется от наклонной (плоской) к прямоугольной (рисунок 3.10а). Это преобразование можно объяснить исчезновением сильного растягивающего напряжения, создаваемого стеклянной оболочкой. Эти петли гистерезиса очень похожи на петли проводов со стеклянной оболочкой, нагретых до температуры 90°C. Можно предположить, что при этой температуре термоупругие напряжения практически ослаблены, поэтому магнитные свойства исходных проводов при повышенных температурах аналогичны свойствам проводов после снятия стекла. При снятии основного напряжения, влияющего на направление анизотропии, петли гистерезиса мало зависят от температуры. Однако, аксиальная анизотропия ухудшает характеристики МИ, а токовый отжиг использовался, чтобы вызвать круговую анизотропию. После отжига с $I_{ann} = 25 - 30$мА наблюдается гистерезис круговой формы, указывающий на то, что процесс намагничивания протекает путем смещений доменных стенок и вращения намагниченности. Что касается эффекта нагрева, эти кривые гистерезиса показывают едва заметные изменения, как показано на рисунке 3.10(б).

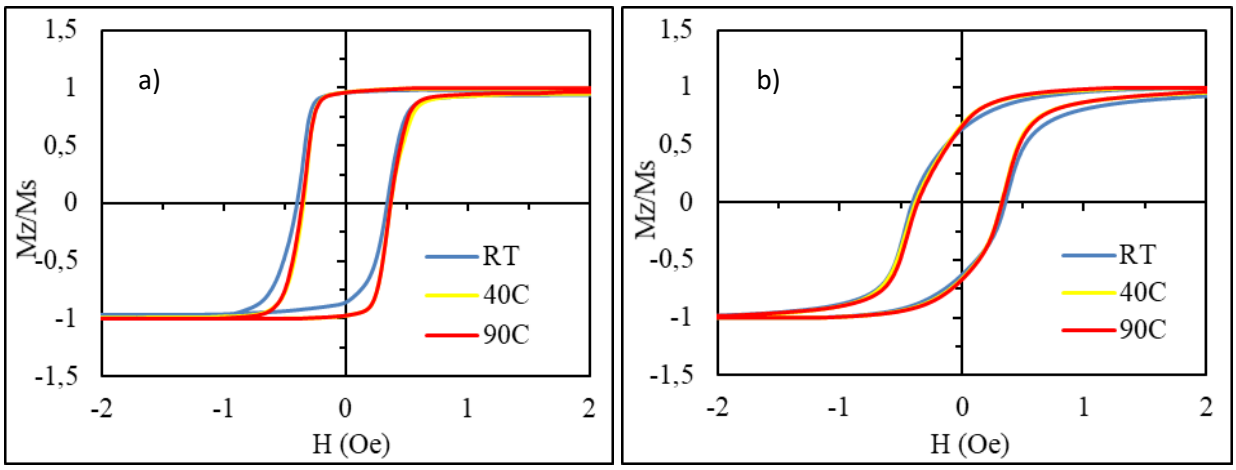

Рисунок 3.10 - Петли гистерезиса микропроводов после снятия стекла, измеренные при разных температурах до (a) и после токового отжига $I_{ann} = 25$ mA (b).

МИ-характеристики микропроводов после удаления стекла приведены на рисунке 3.11а. Видно, что после удаления стекла все еще наблюдается импеданс с двумя пиками, что свидетельствует о существовании поверхностного слоя с циркулярной/геликоидальной анизотропией. С повышением температуры два пика почти сливаются, поэтому циркулярная анизотропия больше не существует, вероятно, из-за дальнейшего ослабления внутренних напряжений. Однако, это изменение импеданса от температуры значительно меньше, чем в исходных проводах со стеклянной оболочкой (по сравнению с рисунком 3.4а). Это указывает на главную роль термоупругих напряжений, создаваемых интерфейсом стекло-металл, в формировании магнитоупругой анизотропии и связанных с ней температурных эффектов.

Рисунок 3.11б показывает МИ характеристики проводов после токового отжига без стеклянной оболочки, которые демонстрируют двухпиковое поведение из-за индуцированной циркулярной анизотропии токовым отжигом. Кривые показывают повышенную чувствительность по отношению к магнитному полю и превосходную стабильность при колебаниях температуры (за исключением области, близкой к нулю, как показано на вставке к рисунку 3.11б). Из положения пиков импеданса видно, что циркулярная анизотропия в этом случае значительно меньше по сравнению с анизотропией, реализованной после отжига в проводах со стеклянной оболочкой. Причиной стабилизации температуры является полная релаксация внутренних напряжений, что было достигнуто путем снятия стекла и отжига микропроводов. Чувствительность импеданса к магнитному полю увеличивается, достигая 193 %/Э.

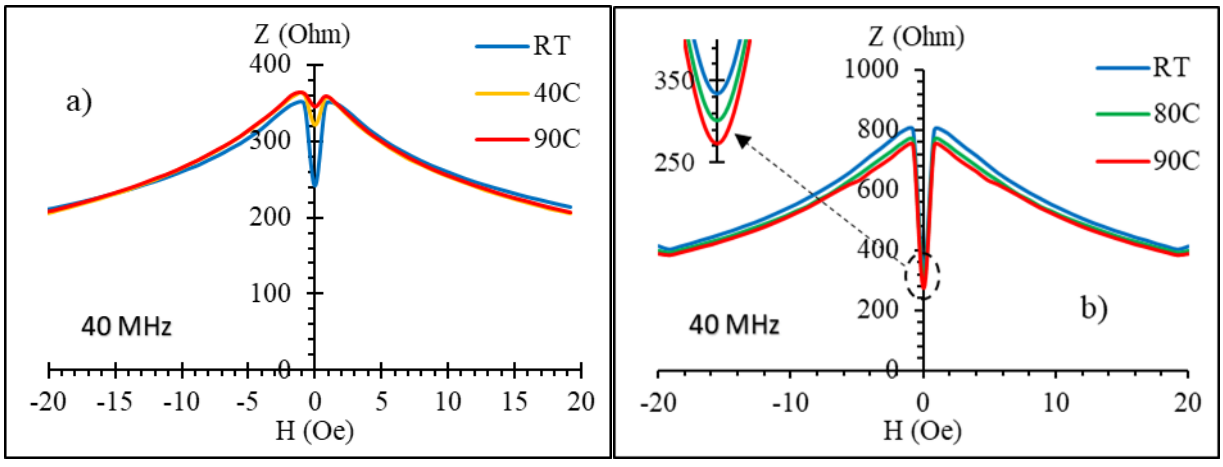

Рисунок 3.11 – Полевые зависимости импеданса микропроводов без стеклянной оболочки для различных температур: (a) до отжига и (b) после токового отжига с $I_{ann} = 25$ мА. Частота измерения- 40 МГц.

Полученные результаты по чувствительности МИ в зависимости от температуры представлены на рисунке 3.12 для проводов в стеклянной оболочке и без оболочки после токового отжига. В диапазоне температур 25 - 90°C изменение чувствительности проводов со стеклянной оболочкой после отжига не превышает 0,1 %/Э°C. Отжиг после удаления стекла привел к значительному увеличению чувствительности и лучшей температурной стабильности около 0,04% /Э°C.

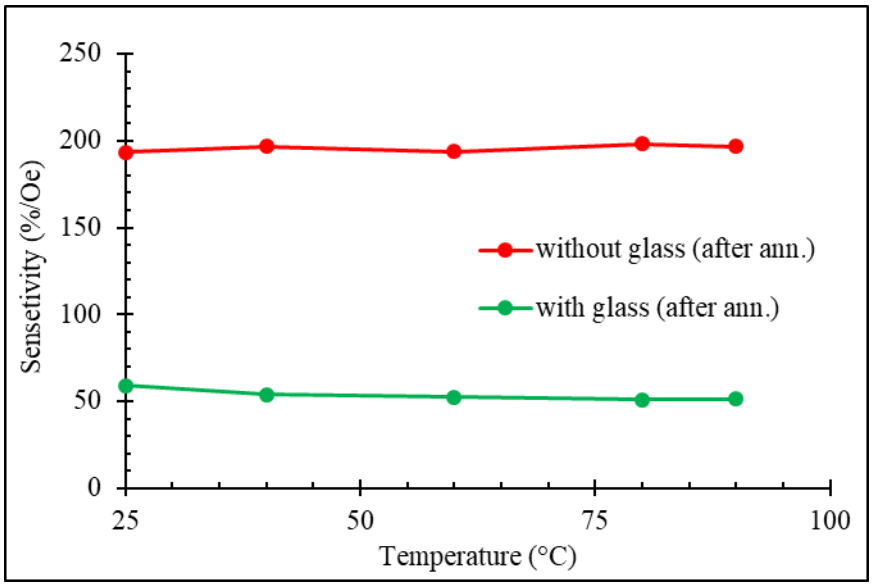

Рисунок 3.12 - Чувствительность МИ (по отношению к осевому магнитному полю) как функция температуры в исходных и обработанных (путем снятия стекла и токового отжига) аморфных микропроводах состава $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}Mo_{1.69}B_{11.51}Si_{14.59}$.

ГЛАВА 4 Магнитный импеданс в аморфных микропроводах вблизи температуры Кюри Тс.

В четвертой главе рассмотрено поведение магнитного импеданса вблизи температуры Кюри (теория и эксперимент). Приведено исследование температуры Кюри с помощью термообработки, а также рассмотрены основные аспекты разработки температурных сенсорных элементов.

4.1 Поведение магнитного импеданса вблизи температуры Кюри

4.1.1 Теория

Сильное изменение импеданса можно ожидать вблизи температуры Кюри T_c, где уменьшаются как намагниченность, так и эффективная анизотропия. Изменение намагниченности с температурой описывается функцией Ланжевена в соответствии с классической моделью (ориентация спина не ограничена):

$$\frac{M(T)}{M_0} = cothx - \frac{1}{x}, \quad x = \frac{3T_c}{T}\frac{M(T)}{M_0} \qquad (4.1)$$

Здесь M_0 - намагниченность при нулевой температуре. Вблизи T_c анизотропия уменьшается как $\widetilde{K} \propto M^n, n = 2 - 3$. Вследствие уменьшения M и H_K частота ферромагнитного резонанса $f_{res} = \gamma\sqrt{H_K(H_K + 4\pi M)}/2\pi$ уменьшается вблизи T_c, и область дисперсии магнитной восприимчивости $\hat{\chi}$ смещается в более низкие частоты, поэтому высокочастотные свойства подавляются. На низких частотах для $H_{ex} = 0$ ($\alpha = \theta$) восприимчивость $\chi \approx M/H_K$ увеличивается с приближением температуры к T_c для n > 2. Поэтому температурная зависимость МИ может сильно отличаться на низких ($f \ll f_{res}$) и высоких ($f \sim f_{res}$) частотах.

При приближении к T_c насыщение намагниченности $M(T)$ ведет себя как $(1 - T/T_c)^{\kappa}$. Уравнение (4.1) дает критический показатель степени $\kappa = 0.5$, тогда как его значение в аморфных сплавах составляет от 0,36 до 0,45. Мы также предполагаем, что $\widetilde{K} \propto M^3$ и $H_K \propto M^2$, поэтому начальная проницаемость $\mu_1(H_{ex} = 0,\ \omega = 0)$ увеличивается при приближении к T_c как $\mu_1 \propto M^{-1}$. Для низких частот μ_1 имеет максимум ниже T_c. С увеличением частоты в направлении f_{res} (которая уменьшается с ростом температуры как $M^{3/2}$), величина μ_1 показывает непрерывное уменьшение вблизи T_c, как показано на рисунке 4.1 для случая осевой анизотропии.

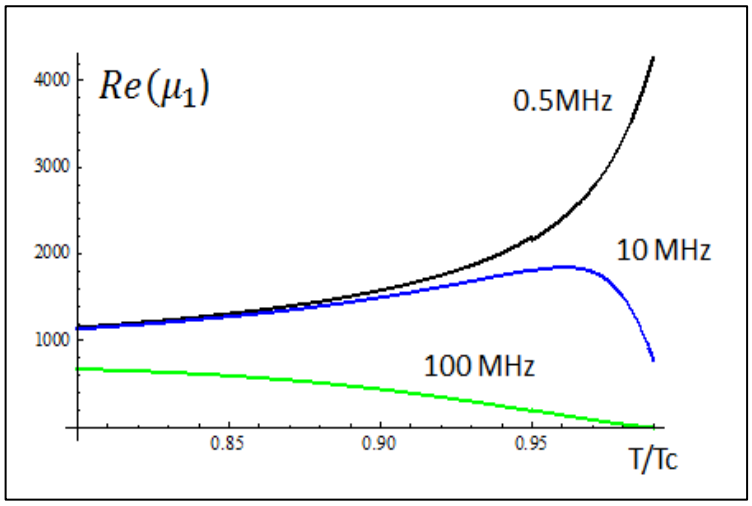

Рисунок 4.1 - Температурная зависимость действительной части параметра проницаемости μ_1. Параметры, используемые для расчета: $M_0 = 250$ Gs, $H_K(0) = 5$ Oe, $\kappa = 0.42$, $\tau = 0.2$, $\gamma = 2 \cdot 10^7 rad/s \cdot Oe$. Угол анизотропии α = 10° считается независимым от температуры. Для этих параметров частота ферромагнитного резонанса для температур, значительно ниже T_c, составляет около 400 МГц.

Такое поведение проницаемости в зависимости от температуры приводит к различным температурным характеристикам импеданса для низких и высоких частот. Учитывая возможное использование температурно-зависимого МИ, интерес представляет магнитная конфигурация с максимальным значением μ_1, то есть направление легкой анизотропии берется близко к оси. На рисунке 4.2 сравнивается зависимость импеданса от поля для различных температур на двух частотах. Для рассматриваемой магнитной конфигурации резонансная частота f_{res} = 400 МГц при температурах $T \ll T_c$. Частота 10 МГц используется для демонстрации увеличения импеданса с температурой до температуры близкой к T_c, где он резко падает (рисунок 4.2а). С увеличением частоты около частоты ферромагнитного резонанса импеданс непрерывно уменьшается с температурой (рисунок 4.2б). Такое поведение имеет место даже для частот ниже f_{res} из-за широкой области дисперсии μ_1 (300 МГц используется в качестве примера на рисунок 4.2б). Начальное увеличение импеданса аморфных микропроводов вблизи T_c на более низких частотах было подтверждено в наших экспериментах.

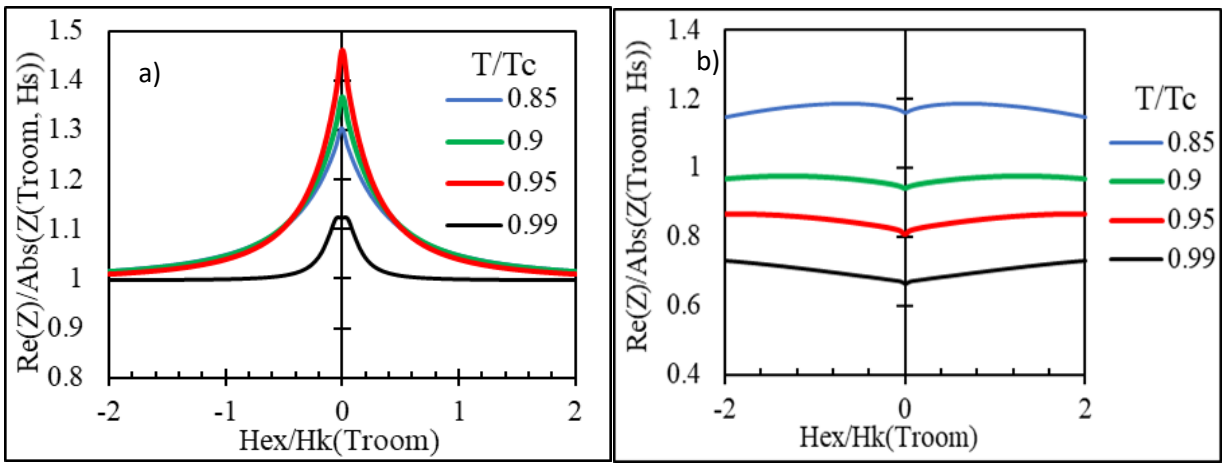

Рисунок 4.2 - Реальная часть импеданса для частот 10 МГц (а) и 300 МГц (б). Магнитные параметры такие же, как для рисунка 4.1. Проводимость составляет 10^{16} s^{-1}, радиус проволоки $a = 8.5$ мкм. Импеданс нормируется на его значение при комнатной температуре и сильном магнитном поле.

4.1.2 Эксперимент

Для исследования температурного поведения импеданса вблизи температуры Кюри был выбран сплав состава $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$, имеющий T_c = 61,5 ℃. Общий диаметр проволоки составляет 27,3 мкм, а диаметр металлического сердечника - 17,7 мкм. Микропровода имеют положительную магнитострикцию и осевую магнитную анизотропию в исходном состоянии. Чтобы избежать возможного вклада релаксации внутренних напряжений в температурные зависимости анизотропии и импеданса, предварительно был проведен температурный отжиг. Поэтому в этом случае считаем, что изменение магнитных параметров вблизи фазового перехода в парамагнитное состояние является основным источником влияния температуры на магнитный гистерезис и импеданс.

На рисунке 4.3 показаны кривые гистерезиса для разных температур. Видно, что они имеют идеальную прямоугольную форму даже для температур, достаточно близких к T_c, то есть четко определенная осевая анизотропия существует для любой температуры $T < T_C$. Эти провода в дальнейшем используются для исследования изменения импеданса вблизи T_c.

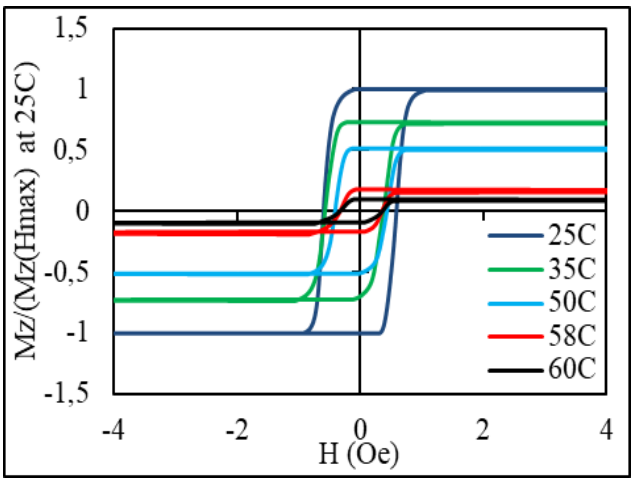

Рисунок 4.3 - Петли намагничивания микропроводов в стеклянной оболочке состава $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ при различных температурах, в том числе вблизи T_c = 61,5 °C, полученных индуктивным методом. Петли нормализуются по значению насыщения при комнатной температуре.

На рисунке 4.4 показаны результаты зависимости импеданса от магнитного поля при различных температурах. В этом случае возможное снятие напряжений при нагреве не меняет заметно легкую анизотропию, поскольку некоторое увеличение магнитострикции компенсируется уменьшением внутренних напряжений. Видно, что влияние температуры на МИ сильно отличается на более низких частотах (рисунок 4.4а) и более высоких частотах (рисунок 4.4б). На более низких частотах (10 МГц, что значительно ниже частоты ферромагнитного резонанса), импеданс увеличивается с ростом температуры. Его значение резко падает только при T= 61 °C, то есть почти при T_c. Можно полагать, что это поведение связано с увеличением начальной проницаемости вблизи T_c, как обсуждалось выше (ср. с рисунками 4.1 и 4.2a). Интересно отметить, что увеличение МИ вблизи T_c на более низких частотах требует, чтобы анизотропия уменьшалась быстрее, чем M^2. Теоретическое моделирование выполнено для $\tilde{K} \sim M^3$ и количественно согласуется с экспериментом. Для более высоких частот импеданс непрерывно уменьшается с ростом температуры, следуя поведению проницаемости (ср. с рисунками 4.1 и 4.2b).

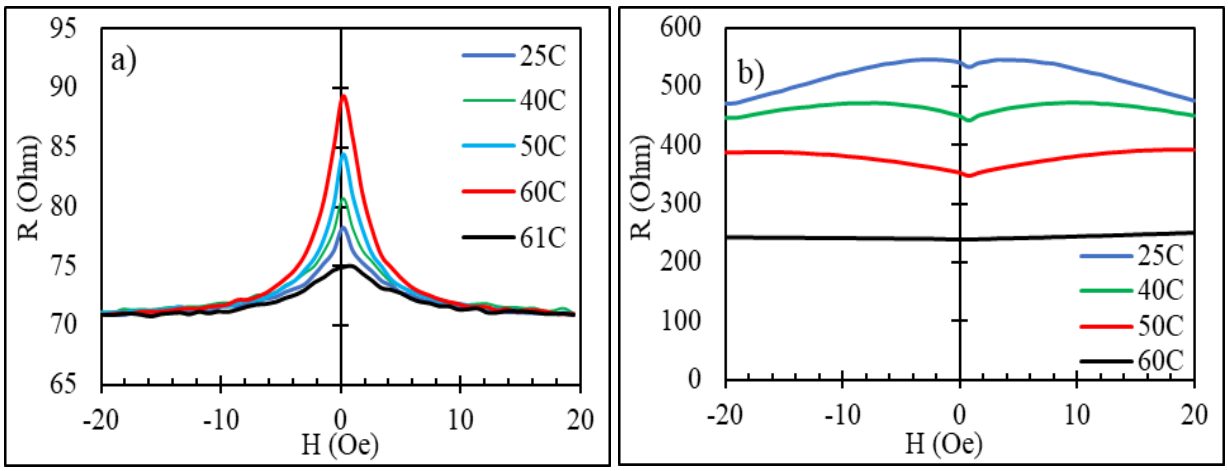

Рисунок 4.4 - Реальная часть импеданса аморфных микропроводов со стеклянной оболочкой состава $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ с $T_C = 61{,}5$ ℃ при разных температурах. (a)- 10 МГц, (b)- 300 МГц.

4.2 Изменение температуры Кюри с помощью отжига

Температура кристаллизации аморфных микропроводов в исходном состоянии было обнаружено с помощью анализа ДСК, как показано на рисунке 4.5. Оба образца имеют экзотермическое превращение, происходящее при температурах первичной кристаллизации $T_{cr(1)} = 551$ ℃ и $T_{cr(2)} = 472$℃ для образцов $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ и $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ соответственно. Кривая ДСК для образца $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.}08$ имела два пика, что связано с двумя стадиями процесса кристаллизации. Аморфное состояние образцов в исходном состоянии и после отжига при температурах ниже их температур кристаллизации было подтверждено с помощью рентгеноструктурного анализа. Рентгенограммы всех образцов имели широкие гало, что характерно для аморфного состояния. В качестве примера приведена рентгеновская дифрактограмма образца $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ в исходном состоянии. С другой стороны, кривые ДСК образцов, отожженных при максимальных температурах 500 ℃ ($Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$) и 450 ℃ ($Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.}08$), продемонстрировали небольшое увеличение площади пика, что может быть связано с возможной частичной кристаллизацией в степени менее 5%. Такую степень кристаллизации было невозможно опознавать с XRD.

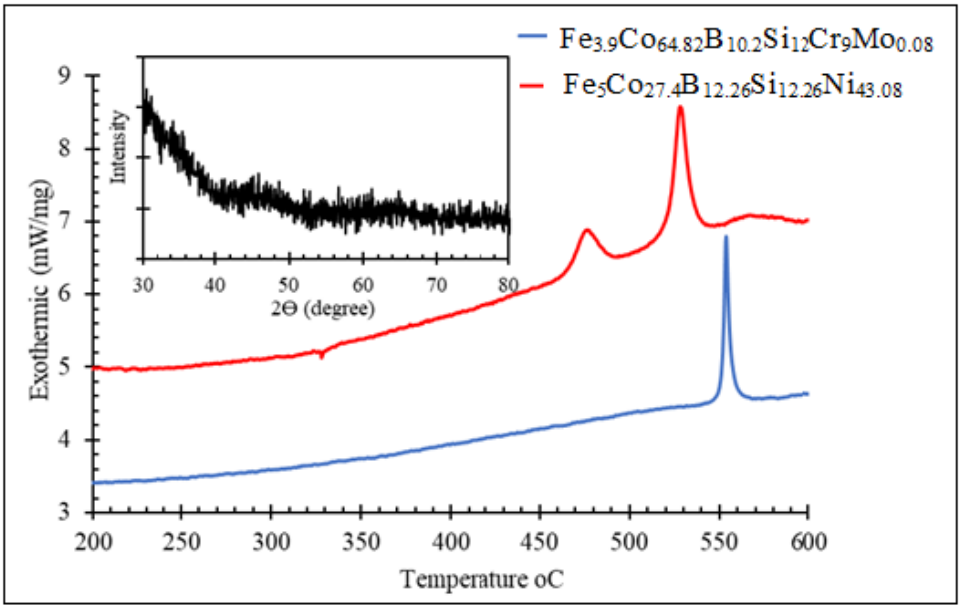

Рисунок 4.5 - Кривые ДСК для образца состава $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ и образца состава $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ в исходном состоянии. На вставке показана рентгенограмма образца $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ в исходном состоянии.

На рисунках 4.6 и 4.7 показано влияние условий отжига (T_{ann} and t_{ann}) на T_C, которое существенно различается для двух образцов. Для образца состава $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ существует немонотонная зависимость T_c от t_{ann} для температур отжига ниже 475°C и выше 200°C. Это указывает на вклад различных процессов. Начальное снижение T_c может быть связано с усилением антиферромагнитной связи Cr-Fe и Cr-Co из-за изменений в композиционном ближнем порядке [147]. Минимум в T_c = 53,5 °C достигается при T_{ann} = 350 °C и t_{ann} = 10 мин.

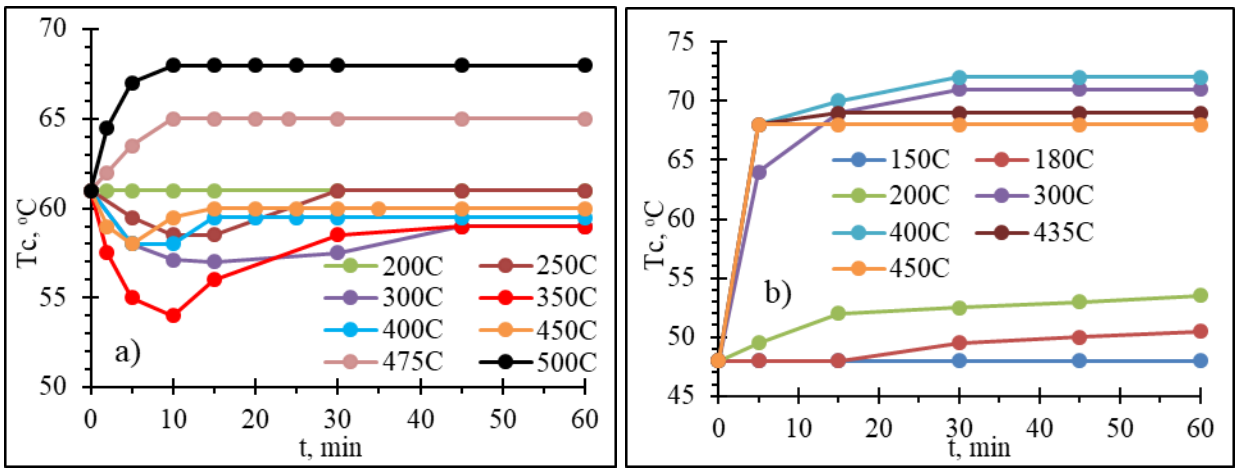

Рисунок 4.6 - Температура Кюри от времени отжига при разных температурах отжига. a) $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ (T_c = 61,5 °C) и b) $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ (T_c = 48 °C).

Для более высоких времен отжига значение T_c начинает увеличиваться из-за сближения 3d-атомов и достигает равновесного значения, которое все еще ниже, чем у исходного закаленного сплава. При высоких температурах отжига (выше 450°C) значение T_c монотонно возрастает с возрастанием t_{ann} и достигает равновесия примерно через 10 минут. Эти температуры близки к началу кристаллизации, и увеличение T_c может быть связано с появлением кристаллических фаз с высокой точкой Кюри. Наибольшие значения T_c = 68°C получены при температуре отжига 500°C.

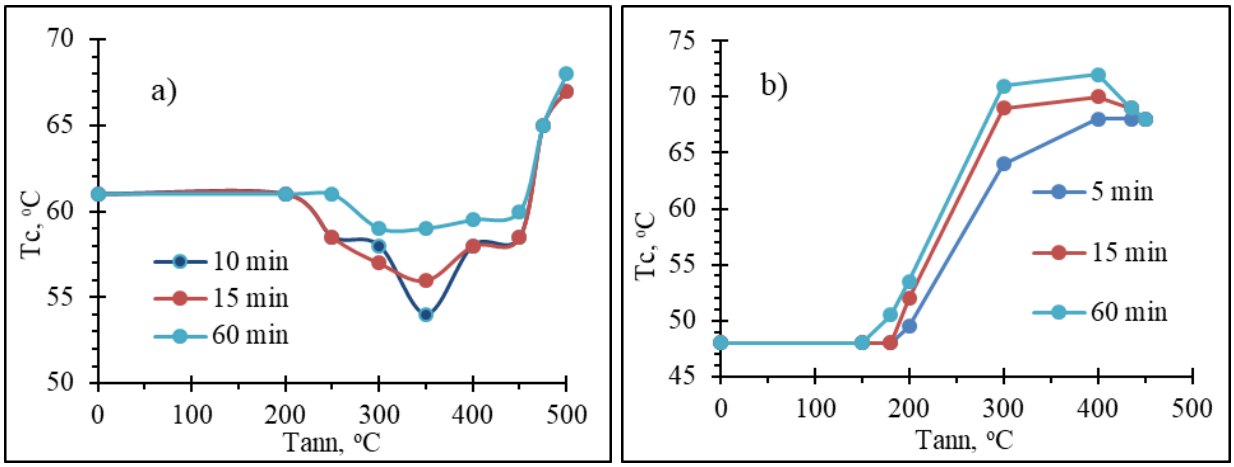

Рисунок 4.7 - Температура Кюри от температуры отжига при разных впеменах отжига. a) $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ (T_c = 61,5 °C) и b) $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ (T_c = 48 °C).

Как показано на рисунках 4.6б и 4.7б, влияние отжига на температуру Кюри образца состава $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ более характерно для механизма изменения композиционного ближнего порядка атомов Fe и Co, способствующих ферромагнитному взаимодействию: T_c увеличивается с увеличением времени отжига и достигает равновесных (для данных температур отжига) значений через 10 - 30 мин. Увеличение T_c связано с более низкими значениями точки Кюри в исходном состоянии по сравнению с соответствующим равновесным значением при некотором T_{ann}. Равновесное значение T_c увеличивается с увеличением T_{ann}, достигая максимума 72°C при T_{ann} = 400°C (по сравнению с 48°C в исходном состоянии), а затем демонстрирует тенденцию к снижению. Это связано с эффектом разупорядочения, происходящим при более высоких температурах отжига. Понижение T_c не является выраженным, поскольку оно скрыто за

возможным образованием кристаллических фаз с более высоким T_c, когда температуры отжига приближаются к началу кристаллизации.

Важно исследовать, как отжиг влияет на поведение намагниченности. Практически нет изменений в прямоугольных петлях гистерезиса образца состава $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$, как показано на рисунке 4.8а, даже при самой высокой температуре отжига 500 °C. В случае образца состава $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ отжиг может изменить угол наклона, что является благоприятным для магнитоимпедансных применений, как показано на рисунке 4.8б. После отжига при достаточно высоких температурах ~ 400 - 450 °C и времени отжига кривая гистерезиса имеет тенденцию становиться прямоугольной. Такое поведение может быть связано с релаксацией напряжений и возможным изменением типа анизотропии в слабомагнитострикционных аморфных проволоках [148, 149]. Изменение типа гистерезиса приведет к значительному изменению магнитного импеданса. Поэтому следует соблюдать осторожность при выборе условий отжига в соответствии с конкретным применением.

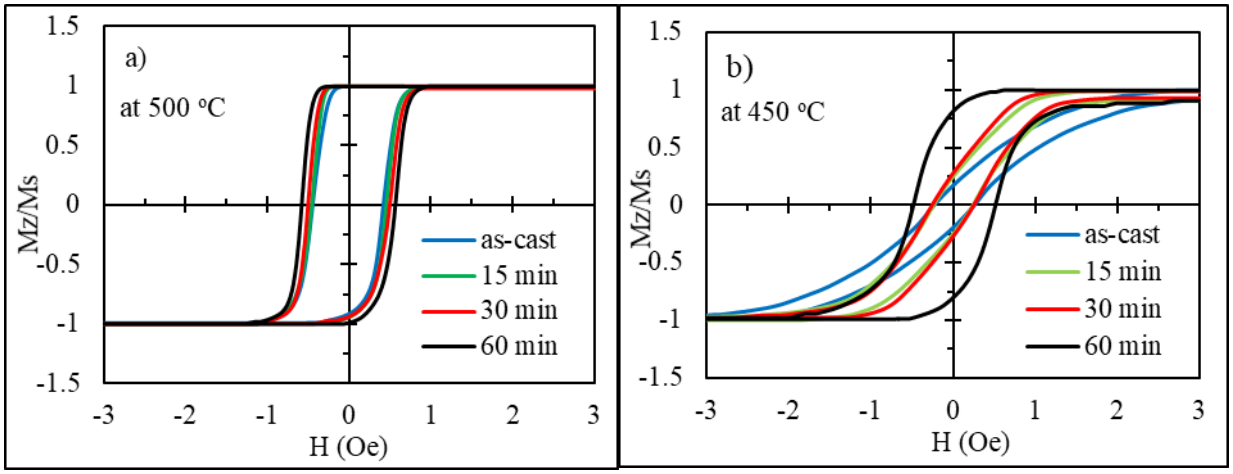

Рисунок 4.8 - Петли намагничивания при разных временах отжига а) $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ at $T_{ann} = 500$ °C и b) $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ при $T_{ann} = 450$ °C.

4.3 Влияние температуры на амплитуду высших гармоник

Для использования проводов в качестве сенсора температуры было исследовано влияние температуры на процессы перемагничивания группы из 5 микропроводов двух типов с номинальными составами $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ и $Fe_{4.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_8Mo_{0.08}$, но разными температурами Кюри, полученными в результате

отжига. Провода подбирались так, что температурная область работы датчика составляет 48 - 77 °C.

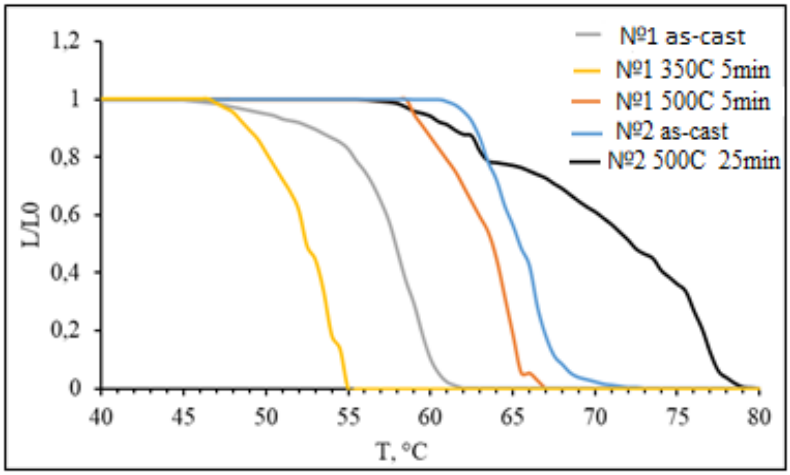

Рисунок 4.9 - Зависимость относительной магнитной индуктивности для аморфных микропроводов с разной температурой Кюри от температуры (№1 - $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ и №2 - $Fe_{4.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_8Mo_{0.08}$).

На рисунке 4.9 представлено изменение низкочастотной индуктивности проводов с различной температурой Кюри от температуры. Далее, для выбранной комбинации из пяти микропроводов с разными T_c было исследовано температурное изменение амплитуд высших гармоник сигнала электрического напряжения, возникающего при их перемагничивании. Как видно из рисунка 4.10, изменения амплитуды 13-й гармоники пяти выбранных проводов от температуры имеет линейный характер, что очень важно для сенсорных приложений.

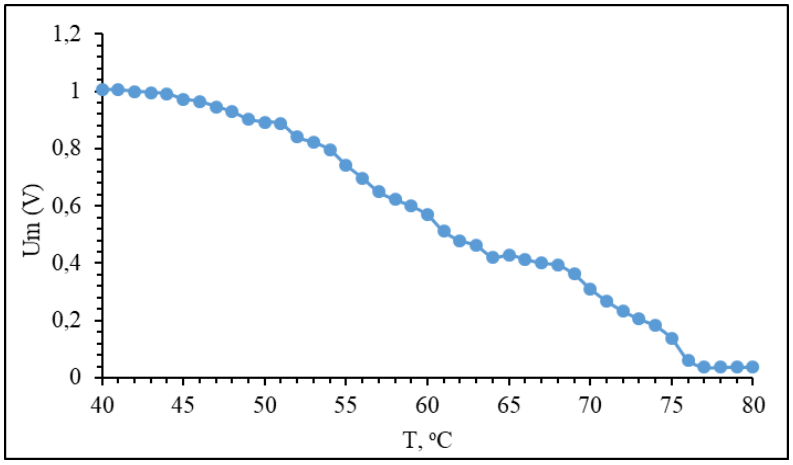

Рисунок 4.10 - Зависимость амплитуды 13- гармоники пяти микропроводов от температуры.

4.4. Разработка температурных сенсорных элементов

Датчиком называют устройство, размещённое в месте контроля физического параметра, и преобразующее его в электрический сигнал, пропорциональный величине этого параметра. Датчик температуры, как и многие другие датчики, состоит из вспомогательного устройства и самого чувствительного элемента (ЧЭ) (рисунок 4.11). ЧЭ преобразует температуру, воздействующую на его чувствительную область в электрический сигнал, который пропорционален величине температуры. Согласующее устройство обеспечивает стабилизацию режимов работы датчика, согласование работы чувствительного элемента и отображение или передачу информации пользователю. Согласующее устройство может состоять, либо только из одной аналоговой части, либо из совмещённой аналоговой и цифровой частей.

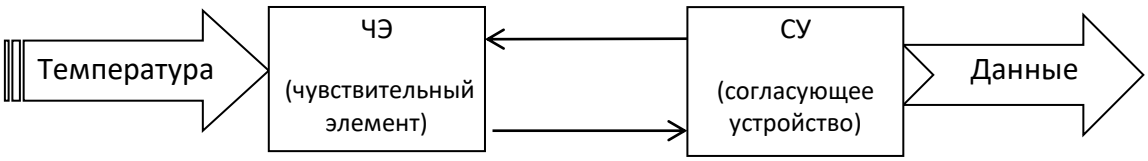

Рисунок 4.11 – Структурная блок-схема

Функционально устройство измерения температуры состоит из чувствительного элемента и считывающего устройства, расположенных друг от друга на на коротком расстоянии. Чувствительный элемент преобразует измеряемою температуру в электромагнитный сигнал, а считывающее устройство преобразует его в необходимые единицы измерения, одновременно учитывая другие воздействующие факторы, такие как собственная температура и воздействующее фоновое магнитное поле.

На рисунке 4.12 условно показаны основные элементы измерительного комплекса

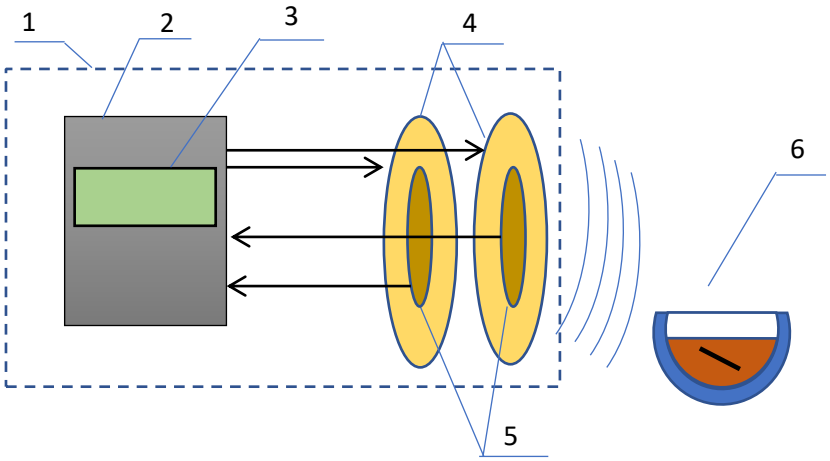

Рисунок 4.12 - основные элементы измерительного комплекса. 1- считывающее устройство, 2-блок обработки и отображения данных, 3- дисплей, 4-электромагнитные подмагничивающие катушки, 5- электромагнитные детектирующие катушки, 6-чувствительный элемент.

Чувствительные элементы могут быть как интегрированы в элементы конструкций, так и располагаться стационарно. Расстояние от крайней электромагнитной катушки устройства считывания до чувствительного элемента не должно быть более 30 мм. При попадании чувствительного элемента в область магнитного излучения подмагничивающих катушек считывающего устройства микропровода чувствительного элемента резко перемагничивается, если их температура меньше температуры Кюри, детектирующие катушки считывающего устройства детектируют гармонический сигнал высших порядков.

4.2.1 Чувствительный элемент

Чувствительный элемент располагается в точке непосредственного контроля физического параметра (температуры) и служит для преобразования величины температуры в величину электромагнитного сигнала.

Чувствительным элементом температурного датчика является кассета микропроводов с различной температурой Кюри составов $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ и $Fe_{4.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_8Mo_{0.08}$. Для изменения температуры Кюри образцов до требуемого значения было проведено термообработка при различных температурах (350 ℃ и 500 ℃) при разных интервалах времени (5 минут и 25 минут).

Диаметр провода выбирается исходя из условий эксплуатации, длина проводов выбиралась равной 40 мм. Оболочка из стекла на поверхности микропровода толщиной от 1 до 10 мкм, как было описано ранее, образовывалась в процессе изготовления

микропровода. После проведения термообработок, происходит нарезка микропроводов, после чего проводится сборка кассеты из 5-8 микропроводов с различной температурой Кюри. Кассета склеивается высокотемперетурный и стойким к агрессивным средам клеем ВК20М. После сборки кассеты она просушиваются при температуре 70 - 80°С.

Чувствительный элемент сам по себе не может работать без считывающего устройства и сам не создаёт никаких электромагнитных полей. Его работа основана на генерировании высших гармоник при его перемагничивании в переменном синусоидальном магнитном поле.

4.2.2 Считывающее устройство

Считывающее устройства состоит из двух идентичных групп электромагнитных катушек и преобразующего устройства с дисплеем. Считывающее устройство может работать на расстоянии не более 30 мм от чувствительного элемента, рабочая область зависит определяется размером катушек и при внешнем диаметре детектирующей катушки 40 мм образует пятно диаметром 20мм.

Каждая из групп электромагнитных катушек состоит из двух пар последовательно соединенных катушек, выполненных на печатной плате. Печатная плата двусторонняя толщиной не менее 2 мм. Включение подмагничивающих катушек последовательное «начало-конец», включение детектирующих катушек тоже последовательное но «конец-конец» (рисунок 4.13). Катушки располагаются симметрично парами по обеим сторонам платы. Необходимая величина тока зависит от количества витков и ширины печатного проводника подмагничивающих катушек и определяется величиной необходимого магнитного поля. Чувствительность детектирующей катушки зависит от количества витков этих катушек и расстояния между ними то есть толщины платы.

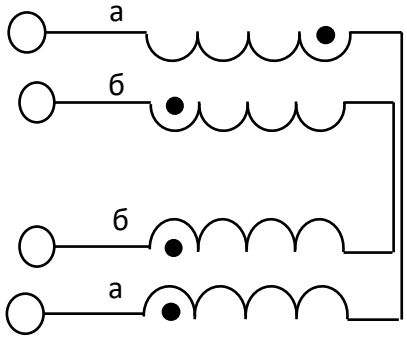

Рисунок 4.13 - схема включения катушек на двусторонней печатной плате, а-подмагничивающих, б- детектирующих.

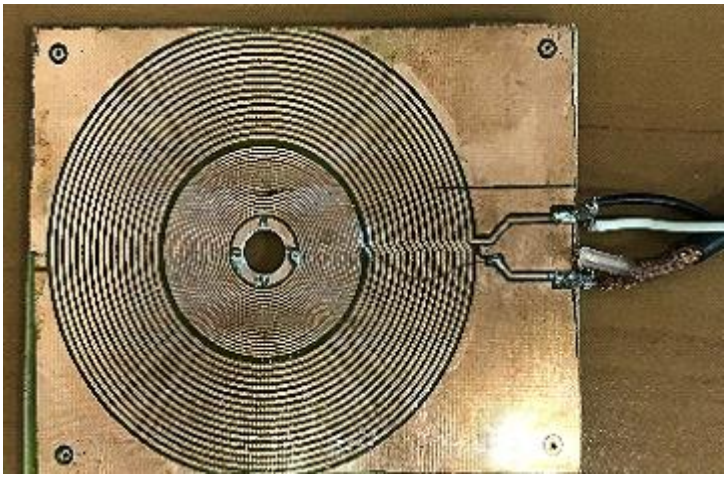

Рисунок 4.14- Фотография плоской подмагничивающей/детектирующей катушки

В таком случае интегрированные друг в друга катушки на двусторонней печатной плате обеспечивают максимальную симметрию, что значительно снижает паразитную ЭДС в детектирующей части, а также обеспечивает минимальную паразитную ёмкость и индуктивность. Для увеличения амплитуды магнитных полей на печатную плату для уменьшения её сопротивления может быть применено её лужение припоем ПОС-61.

Преобразующее устройство формирует сигнал возбуждения поочерёдно на каждую группу катушек, усиливает аналоговый сигнал и преобразует его, обработанные данные выводятся на дисплей. Блок-схема преобразующего устройства показана на рисунке 4.15.

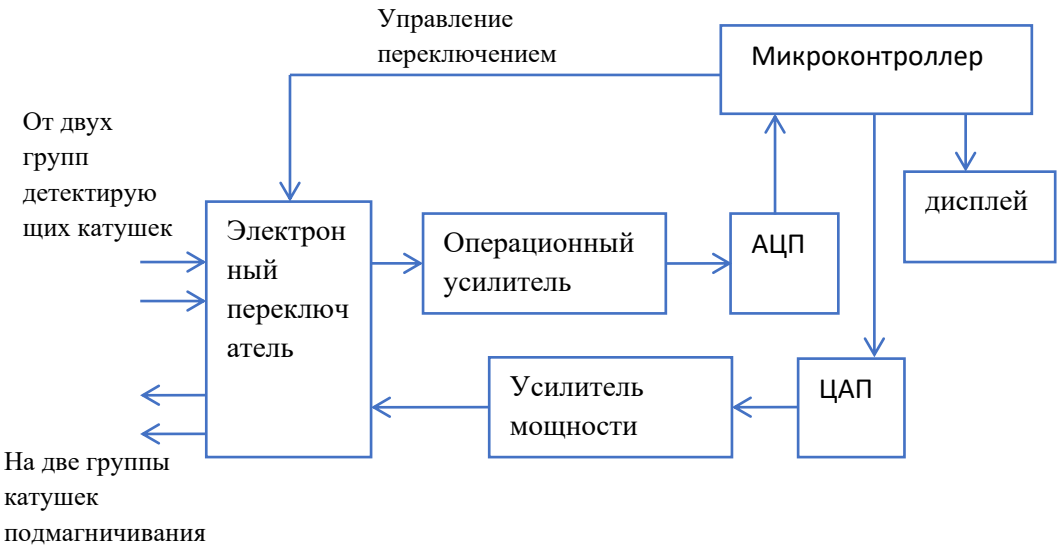

Рисунок 4.15 – Блок-схема преобразующего устройства.

Микроконтроллер управляя ЦАПом формирует сигнал в виде синуса, ЦАП не обеспечивает необходимой для катушек силы тока, помощи усилителя мощности создаётся необходимая сила и через электронный ключ подключается одна из групп катушек. Работой ключа руководит микроконтроллер. Сигнал от одной из групп детектирующих катушек проходит через электронный ключ и усиливается операционным усилителем и далее попадает в быстрый аналогово-цифровой преобразователь (АЦП), оцифрованный сигнал обрабатывает микроконтроллер. Для компенсации влияния расстояния на процесс измерения температуры в устройстве применены две группы катушек, расположенных соосно, с фиксированным растоянием. Микроконтроллер проводит поочередные измерения, и вводит поправочные коэффициенты на расстояние. Обработанные данные поступают для отображения на дисплей.

Заключения

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. С использованием токового отжига реализована температурно-стабильная циркулярная анизотропия в аморфных микропроводах состава $Co_{66.94}Fe_{3.83}Ni_{1.44}B_{11.51}Si_{14.59}Mo_{1.69}$ с высокой температурой Кюри. Это достигается за счет релаксации внутренних напряжений и замены магнитоупругой анизотропии наведенной анизотропией, сформированной упорядочением атомных пар при отжиге. При отжиге проводов после удаления стеклянной оболочки достигается высокая чувствительность изменения МИ-более 193 %/Э, что соответствует лучшим мировым значениям. При этом температурная стабильность – не менее 0,04% /Э°С.
3. Показано, что магнитоимпеданс в аморфных микропроводах претерпевает существенные изменения вблизи температуры Кюри, при этом поведение МИ вблизи T_c отличается для низких (меньше частоты резонанса) и высоких частот. Для микропроводов состава FeCoBSiCrMo с осевой магнитной анизотропией получено монотонное уменьшение МИ при частотах более 100 МГц при подходе к T_c. Изменение импеданса с температурой в нулевом магнитном поле составляло более 3,5 %/°С. Поскольку температура Кюри таких сплавов достаточно низкая (порядка 40-80 °С), полученные результаты представляют интерес для разработки высокочувствительных миниатюрных температурных датчиков.
4. Оптимизированы режимы температурного отжига для тонкой подстройки температуры Кюри для микропроводов составов $Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ и $Fe_5Co_{27.4}B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ в интервале 53,5 – 68 °С и 48 – 72 °С, соответственно.
5. Разработана методика бесконтактного контроля температуры, которая основана на зависимости амплитуды высших гармоник от температуры в

проводах с магнитной би-стабильностью ($Fe_{3.9}Co_{64.82}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ и $Fe_{4.9}Co_{64.82}B_{10}.2Si_{12}Cr_8Mo_{0.08}$).

6. Разработан и собран стенд для проведения исследований влияния температуры на процессы намагничивания в аморфных ферромагнитных микропроводах внутри композитных материалов. Разработана конструкция сенсора температуры и программное обеспечение для работы сенсора.

Результаты диссертации опубликованы в следующих основных работах:

1. **Dzhumazoda**, L.V. Panina, M. G. Nematov, A.M. Adam, A. Ukhasov, A.T. Morchenko, F.S. Tabarov, N.A. Yudanov, Controlling the Curie temperature in amorphous glass coated microwires by heat treatment, Journal of Alloys and Compounds 802 (2019) 36-40
2. **Dzhumazoda**, L.V. Panina, M.G. Nematov, S.A. El-Demrdash, A.A. Ukhasov, N.A. Yudanov, A.T. Morchenko, F. X. Qin, Temperature-stable magnetoimpedance (MI) of current-annealed Co-based amorphous microwires, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **474**, (2019) 374-380
3. **Dzhumazoda,** L. V. Panina, A. M. Adam, N. A. Yudanov, R. Awale, A. T. Morchenko, S. V. Podgornaya, Temperature Effects on the Magnetoimpedance in Glass-Coated Amorphous Wires, IEEE Transactions on Magnetics **53**, (2017), 2003205
4. L.V. Panina., **A. Dzhumazoda**., S.A. Evstigneeva., A.M. Adam., A.T. Morchenko., N.A. Yudanov., V.G. Kostishyn. Temperature effects on magnetization processes and magnetoimpedance in low magnetostrictive amorphous microwires. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials **459**, (2018) 147-153
5. **A. Dzhumazoda**; L. V. Panina; A. T. Morchenko; A. Adam; R. Awale; S. V. Podgornaya, Temperature effects on the magnetoimpedance in glass-coated amorphous wires, Magnetics Conference (INTERMAG), 2017 IEEE International, Electronic ISSN: 2150-4601
6. L.V. Panina, D. P. Makhnovskiy, **A. Dzhumazoda**, S.V. Podgornaya, V. G. Kostishyn, H.X. Peng and A. T. Marchenko, Tunable microwave electric polarization in magnetostrictive microwires, 8th Joint European Magnetic Symposia (JEMS2016) IOP Publishing IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series **903**, (2017) 012011
7. L.V. Panina, D.P. Makhnovskiy, **A. Dzhumazoda**, and S.V. Podgornaya, Tunable electric polarization of magnetic microwires for sensing applications// Springer Series in Materials Science. **252**, Springer International Publishing AG (2017) 131-150
8. A. Uddin, S.A. Evstigneeva, **A. Dzhumazoda,** M.M. Salem, M.G. Nematov, AM Adam, LV Panina, AT Morchenko, Temperature Effects on the Magnetization and Magnetoimpedance in Ferromagnetic Glass-Covered microwires, Journal of Physics: Conference Series **917**, (2017) 082011
9. **А. Джумьазода**, Л.В. Панина, А.М. Адам, С.А. Эл-Дермдаш, А. Уддин, Неьматов М.Г., Морченко А.Т. «Влияние температуры на магнитоимпеданс

проводов после токового отжига», курск, физика и технология наноматериалов и структур, Тип: статья в сборнике трудов конференции, (2017) 46-48

10. **А. Джумъазода,** Л.В. Панина, М.Г. Неъматов, А.Т. Морченко, Ф.С. Табаров, Влияние температуры на МИ в аморфных микропроводах после токового отжига, Журнал технической физики **89**, (2019) 1056-1060
11. **А. Джумъазода,** Р. Авал, С.В. Подгорная, Л.В. Панина, А.Т. Морченко, В.Г. Костишин, Управляемая дипольная поляризация ферромагнитных микропроводов на ГГц частотах для применений в беспроводных сенсорных устройствах, Проблемы разработки перспективных микро- и наноэлектронных систем, М.: ИППМ РАН, Часть IV, (2016) 215-222.

Литература

1. L. Panina and K. Mohri, Magneto-impedance effect in amorphous wires, Appl. Phys. Lett. **65**, (1994) 1189-1191.
2. L Kraus, Z Frait, K.R Pirota, H Chiriac, Giant magnetoimpedance in glass-covered amorphous microwires, J. Magn. Magn. Mater. **254–255**, (2003) 399-403.
3. M.M. 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.
4. K. Mandal, S. Puerta, M. Vazquez, A. Hernando, The frequency and stress dependence of giant magnetoimpedance in amorphous microwires, IEEE Trans. Magn. **36**, (2002) 3257-3259.
5. А. Джумъазода, Л.В. Панина, М.Г. Неъматов, А.Т. Морченко, Ф.С. Табаров, Влияние температуры на МИ в аморфных микропроводах после токового отжига, Журнал теоретической физики. Журнал технической физики **89**, (2019) 1056-1060.
6. V. Zhukova, J.M. Blanco, M. Ipatov, A. Zhukov, C. García, J. Gonzalez, R. Varga, A. Torcunov, Development of thin microwires with low Curie temperature for temperature sensors applications, Sens. and Actuators B **126**, (2007) 318-323.
7. J. Torrejón, G.A. Badini Confalonieri, K.R. Pirota, M. Vázquez, Multifunctional Magnetoelastic Sensor Device Based in Multilayer Magnetic Microwires, Sensor Letters **5**, (2007) 153-156.
8. P. Sarkar, A. Basu Mallick, R.K. Roy, A.K. Panda, A. Mitra, Structural and Giant Magneto-impedance properties of Cr-incorporated Co–Fe–Si–B amorphous microwires, J. Magn. Magn. Mater. **324**, (2012) 1551–1556.
9. P. Sarkar, R.K. Roy, A. Mitra, A.K. Panda, M. Churyukanova, S. Kaloshkin, Effect of Nb and Cr incorporation on the structural and magnetic properties of rapidly quenched FeCoSiB microwires, J. Magn. Magn. Mater. **324**, (2012) 2543-25.
10. V.M. Garcia-Chocano, H. Garcia-Miquel, DC and AC linear magnetic field sensor based on glass-coated amorphous microwires with giant magnetoimpedance, J. Magn. Magn. Mater. **378**, (2015) 485-492.
11. N.A. Yudanov, S.A. Evstigneeva, L.V. Panina, A.T. Morchenko, A. Zhukov, X.H. Peng, Temperature dependence of the off-diagonal magnetoimpedance in sensor configuration utilizing Co-rich amorphous wires, Phys. Stat. Solidi A **213,** (2016) 372-376.
12. G. Herzer, Modern soft magnets: amorphous and nanocrystalline materials, Acta Mater. 61 (2013) 718–734.
13. G. Herzer, Soft magnetic nanocrystalline materials, Scripta Metall. Mater. 33 (1995) 1741–1756.

14. Y. Han, C.T. Chang, S.L. Zhu, A. Inoue, D.V. Louzguine-Luzgin, E. Shalaan, F. Al-Marzouki, Fe-based soft magnetic amorphous alloys with high saturation magnetization above 1.5 T and high corrosion resistance, Intermetallics 54 (2014) 169-175.
15. M.E. McHenry, M.A. Willard, D.E. Laughlin, Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets, Prog. Mater. Sci. 44 (1999) 291–433.
16. F. Wang, A. Inoue, Y. Han, F.L. Kong, S.L. Zhu, E. Shalaan, F. Al-Marzouki, A. Obaid, Excellent soft magnetic Fe-Co-B-based amorphous alloys with extremely high saturation magnetization above 1.85 T and low coercivity below 3 A/m, J. Alloys Compd. 711 (2017) 132–142.
17. Y. Geng, Y. Wang, Z. Wang, J. Qiang, H. Wang, C. Dong, O. Tegus, Formation and structure-property correlation of new bulk Fe–B–Si–Hf metallic glasses, Mater. Des. 106 (2016) 69–73.
18. K. Gruszka, Analysis of the structural-defect influence on the magnetization process in and above the Rayleigh region, Mater. Tehnol. 50 (5) (2016) 707–718.
19. B. Jeż, M. Nabialek, P. Pietrusiewicz, K. Gruszka, K. Błoch, J. Gondro, J. Rzącki, M.M.A.B. Abdullah, A.V. Sandu, M. Szota, K. Jeż, A. Sałagacki, The structure and properties of rapid cooled iron-based alloy, IOP Conf. Series: Mater. Sci. Eng. 209 (2017) 012023.
20. B. Jeż, Modification of Curie temperature in bulk amorphous alloys as a result of their annealing, Rev. Chim. 68 (8) (2017) 1903–1907.
21. R.K. Roy, A.K. Panda, A. Mitra, Effect of Co content on structure and magnetic behaviors of high induction Fe-based amorphous alloys, J. Magn. Magn. Mater. 418 (2016) 236–241.
22. J. Li, X. Wang, X. Liu, S. Zhao, K. Yao, Effect of fluxing treatment on the properties of Fe66Co15Mo1P7.5C5.5B2Si3 bulk metallic glass by water quenching, Phys. B: Phys. Condensed Matter 528 (2018) 24–26.
23. W. Klement, R.H. Willens, P. Duwez, Non-crystalline structure in solidified goldsilicon alloys, Nature 187 (1960) 869–870.
24. H.S. Chen, C.E. Miller, A rapid quenching technique for the preparation of thin uniform films of amorphous solids, Rev. Scientific Instrum. 41 (1970) 1237.
25. K. Błoch, M. Nabiałek, The influence of heat treatment on irreversible structural relaxation in bulk amorphous Fe61Co10Ti3Y6B20 alloy, Acta. Phys. Pol. A 127 (2015) 442–444.
26. Inoue, A. Kato, T. Zhang, S.G. Kim, T. Masumoto, Mg-Cu-Y amorphous alloys with high mechanical strengths produced by a metallic mold casting method, Mater. Trans. JIM 32 (1991) 609–616.
27. Inoue, T. Zhang, T. Masumoto, Zr-Al-Ni amorphous alloys with high glass transition temperature and significant supercooled liquid region, Mater. Trans. JIM 31 (1990) 177–183.

28. K. Błoch, Magnetic properties of the suction-cast bulk amorphous alloy: (Fe0.61Co0.10Zr0.025Hf0.025Ti0.02W0.02B0.20)96Y4, J. Magn. Magn. Mater. 390 (2015) 118–122.
29. M. Nabiałek, Influence of the quenching rate on the structure and magnetic properties of the Fe-based amorphous alloy, Arch. Metall. Mater. 61 (2016) 439–444.
30. W. Li, Y.Z. Yang, J. Xu, Crystallization and soft magnetic properties of metalloidfree Fe89Hf7Al3Zr1 amorphous alloy, J. Non-Crystalline Solids 461 (2017) 93–97.
31. Wang, C. Zhao, A. He, H. Men, C. Chang, X. Wang, Composition design of high Bs Fe-based amorphous alloys with good amorphous-forming ability, J. Alloys Compd. 656 (2016) 729–734.
32. K. Brzózka, A. Ślawska-Waniewska, P. Nowicki, K. Jezuita, Hyperfine magnetic fields in FeZrB(Cu) alloys, Mater. Sci. Eng. A (1997) 654–658.
33. D.K. Li, H.F. Zhang, A.M. Wang, Z.W. Zhu, Z.Q. Hu, Effects of Sn addition on the glass-forming ability and mechanical properties of Ni-Nb-Zr bulk metallic glasses, Chin. Sci. Bull. 56 (36) (2011) 3926–3931.
34. J.F. Wang, S. Huang, S.F. Guo, Y.Y. Wei, F.S. Pan, Effects of cooling rate on microstructure, mechanical and corrosion properties of Mg-Zn-Cu Alloy, Trans. Nonferrous Metals Soc. China 23 (2013) 1930–1935.
35. K. Gruszka, M. Nabiałek, T. Noga, Ab initio study of structure, electronic and magnetic properties of YFe5 phase compound in the DFT formalism, Arch. Metall. Mater. 61 (1) (2016) 369–374.
36. K. Błoch, M. Nabiałek, S. Garus, Structure and magnetic properties of amorphous Fe60Co10Mo2WxY8B20-x (x = 0, 1) alloys, Acta Phys. Polonica A 130 (2016) 905–908.
37. H. Liebermann, Rapidly Solidified Alloys, Springer, New Jersey, 1993.
38. Suzuki, A. Makino, T. Inoue, Masumoto, Soft magnetic properties of nanocrystalline bcc Fe-Zr-B and Fe-M-B-Cu (M=transition metal) alloys with high saturation magnetization (invited), J. Appl. Phys. 70 (1991) 6232–6237.
39. T. Kulik, T. Horubała, H. Matyja, Flash annealing nanocrystallization of Fe-Si-B based glasses, Mater. Sci. Eng. A 157 (1992) 107–112.
40. T. Yanai, M. Yamasaki, M. Nakano, H. Fukunaga, Y. Yoshizawa, Investigation of development process soft creep-induced anisotropy in nanocrystalline Fe73.5Cu1Nb3Si15.5B7 ribbon for mass production, Soft Magn. Mater. 10 (2003) 737–741.
41. Fujimori H, Kikuchi M, Obi Y, Masumoto T. Sci Rep Res Inst Tohoku Univ Ser A 1976;26:36.
42. Hilzinger HR, Kunz W. J Magn Magn Mat 1980;15–18:1357.
43. Herzer G. In: Buschow KHJ, editor. Concise encyclopedia of magnetic and superconducting materials. Amsterdam: Elsevier; 2005.

44. G. Herzer, Amorphous and Nanocrystalline Materials, in: Encyclopedia of Materials: Science and Technology, pp. 149–157, Elsevier Science Ltd. (2001) ISBN: 0-08-0431526.
45. D. C. Jiles, Recent advances and future directions in magnetic materials, Acta Mater., 51 (2003) pp.5907-5939.
46. Larin V. S., Torcunov A. V., Zhukov A. e.a. Preparation and properties of glass-coated microwires // Magnetism and Magnetic materials – 2002. – V. 249. P. 39-45.
47. Zhukov A., Gonzalez J., Vazquez M. e.a. Nanocrystalline and amorphous magnetic microwires // Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology – 2004. – V. 6. P. 365-387.
48. Varga R. Magnetization processes in glass-coated microwires with positive magnetostriction // Acta. Physica Slovaca – 2012. – V. 62. P. 411-518.
49. P. Zhukov, M. Vazquez, J. Velazquez, H. Chiriac, V. Larin. The remagnetization process in thin and ultra-thin Fe-rich amorphous wires. J. Magn. Magn. Mat., 151 132-138 (1995).
50. Zhukov, M. Vazquez, J. Velazquez, A. Hernando, V. Larin. Magnetic properties of Fe-based glass-coated microwires. J. Magn. Magn. Mat., 170 323-330 (1997).
51. R. Varga. Magnetization processes in glass-coated microwires with positive magnetostriction. Acta. Physica Slovaca, 62 5 411-518 (2012).
52. J. R. Wiegand. Bistable magnetic device. US Patent 3,820,090, (1974).
53. K. Mohri, B. Takeuchi, T. Fujimoto. Sensitive magnetic sensors using amorphous wiegand-type ribbons. IEEE Trans. Magn., 17 3370–3372 (1981).
54. K. Mohri, S. Takeuchi. Sensitive bistable magnetic sensors using twisted amorhous magnetostricive ribbons due to matteucci effect. J. Appl. Phys., 53 8386–8388 (1982).
55. F. B. Humphrey, K. Mohri, J. Yamasaki, H. Kawamura, R. Malmhall, I. Ogasawara. Reentrant magnetic flux reversal in amorphous wires. In magnetic properties of amorphous metals; A. Elsevier Science: Amsterdam, the Netherlands 110–116 (1987).
56. K. Mohri, F. B. Humphrey, K. Kawashima, K. Kimura, M. Muzutani. Large barkhausen and matteucci effects in FeCoSiB, FeCrSiB, and FeNiSiB amorphous wires. IEEE Trans. Magn., 26 1789–1791 (1990).
57. Zhukov, J. González, J. M. Blanco, M. Vázquez, V. Larin. Microwires coated by glass: a new family of soft and hard magnetic materials. J. Mat. Res., 15 2107–2113 (2000).
58. Zhukov, J. Gonzalez, J. M. Blanco, P. Aragoneses, L. Domínguez. Magnetoelastic sensor of level of the liquid based on magnetoelastic properties of Co-rich microwires. Sens. Actuat. A-Phys., 81 129–133 (2000).
59. Zhukov, J. M. Garcia-Beneytez, M. Vázquez. Magnetoelastic sensor for signature identification based on mechanomagnetic effect in amorphous wires. J. Phys. IV, 8 Pr2-763–Pr2- 766 (1998).

60. S. S. P. Parkin, M. Hayashi, L. Thomas. Magnetic domain-wall racetrack memory. Science, 320 190–194 (2008).
61. D. A. Allwood, G. Xiong, C. C. Faulkner, D. Atkinson, D. Petit, R. P. Cowburn. Magnetic domain-wall logic. Science, 309 1688–1692 (2005).
62. J. Olivera, R. Varga, P. Vojtanik, V. M. Prida, M. L. Sanchez, B. Hernando, A. Zhukov. Fast domain wall dynamics in amorphous glass-coated microwires. J. Magn. Magn. Mater., 320 2534–2537 (2008).
63. R. Varga, A. Zhukov, V. Zhukova, J. M. Blanco, J. Gonzalez. Supersonic domain wall in magnetic microwires. Phys. Rev. B, 76 132406 (2007).
64. D. Atkinson, D. A. Allwood, C. C. Faulkner, G. Xiong, M. D. Cooke, R. P. Cowburn. Magnetic domain wall dynamics in a permalloy nanowire. IEEE Trans. Magn., 39 2663–2665 (2003).
65. R. Varga, J. Torrejon, Y. Kostyk, K. L. Garcia, G. Infantes, G. Badini, M. Vazquez. Single-wall dynamics and power law in bistable magnetic microwires. J. Phys.: Cond. Matter., 20 445215:1-5 (2008).
66. E. P. Harrison, G. L. Turney, H. Rowe. Electrical properties of wires of high permeability. Nature, 135 961 (1935).
67. L. V. Panina, K. Mohri. Magneto-impedance effect in amorphous wires. Appl. Phys. Lett., 65 1189–1191 (1994).
68. R. S. Beach, A. E. Berkowitz. Giant magnetic field dependent impedance of amorphous FeCoSiB wire. Appl. Phys. Lett., 64 3652 (1994).
69. M. H. Phan, H. X. Peng. Giant magnetoimpedance materials: Fundamentals and applications. Progress in Materials Science, 53 323–420 (2008).
70. M. Knobel, K. R. Pirota. Giant magnetoimpedance: concepts and recent progress. J. Magn Magn Mater., 242-245 33–40 (2002).
71. M. Knobel, M. Vazquez, L. Kraus. Giant magnetoimpedance. Chapter 5 in: Buschow KH, editor. Handbook of magnetic materials, vol. 15. Amsterdam: Elsevier Science B.V 1–69 (2003).
72. dL. Kraus. GMI modeling and material optimization. Sens Acta A, 106 187–94 (2003).
73. D. Menard, M. Britel, P. Ciureanu, A. Yelon. Giant magnetoimpedance in a cylindrical conductor. J. Appl. Phys., 84 2805–2814 (1998).
74. N. A. Usov, A. S. Antonov, A. N. Lagarkov. Theory of giant magneto-impedance effect in amorphous wires with different types of magnetic anisotropy. J Magn Magn Mat., 185 159- 173 (1998).
75. Chiraic H., Ovari T. A. Amorphous glass-covered magnetic wires: preparation, properties, applications // Progress in Materials Science – 1996. – V. 40. P. 333-407.5

76. P. Corte-León, V. Zhukova, M. Ipatov, J.M. Blanco, J. Gonzalez, A. Zhukov, Engineering of magnetic properties of Co-rich microwires by joule heating // Intermetallics ,105 – (2019),92–98.
77. M.H. Phan, H.X. Peng, Giant magnetoimpedance materials: fundamentals and applications, Prog. Mater. Sci. 53 (2008) 323–420.
78. bA. Zhukov, M. Ipatov, M. Churyukanova, A. Talaat, J.M. Blanco, V. Zhukova, Trends in optimization of giant magnetoimpedance effect in amorphous and nanocrystalline materials, J. Alloy. Comp. 727 (2017) 887–901.
79. Fujimori H. In: Luborsky FE, editor. Amorphous metallic alloys. London: Butterworth; 1983.
80. A. Zhukov, K. Chichay, A. Talaat et al. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials,383 (2015), 232–236.
81. Zhukov, J. Gonzalez, J.M. Blanco, M.J. Prieto, E. Pina, M. Vazquez, J. Appl. Phys. 87 (2000) 1402.
82. Zhukov, Adv. Func. Mat. 16 (2006) 675.
83. K. Chichay, V. Zhukova, V. Rodionova, M. Ipatov, A. Talaat, J.M. Blanco, J. Gonzalez, A. Zhukov, J. Appl. Phys. 113 (2013) 17A318.
84. H. Chiriac, T. A. Ovari, Pop Gh. Internal stress distribution in glass-coated amorphous magnetic wires // Phys. Rev. B – 1995. – V. 52 P. 10104-10113.
85. Губанов А. И. Физика твердого тела. – М.: Наука, 1960.
86. Alben R., Becker J. J., Chi M. C. Random anisotropy in amorphous ferromagnets // J. Appl. Phys. – 1978. – V. 49. P. 1653-1658.
87. Blanco M., Barbon P. G., González J. e.a. Stress induced magnetic anisotropy in non-magnetistrictive amorphous wires // J. Appl. Phys. – 1992. – V. 132. P.104-107.
88. Varga R. Magnetization processes in glass-coated microwires with positive magnetostriction // Acta. Physica Slovaca – 2012. – V. 62. P. 411-518.
89. Varga R., Richter K., Zhukov A. e.a. Domain wall propagation in thin magnetic wires // IEEE Trans. Magn. – 2008. – V. 44. P. 3925-3930.
90. Greer A. L., Leake J. A. Structural relaxation and cross-over effect in a metallic glass // J. Non-Cryst. Solids – 1979. – V. 33. P. 291-297.
91. Néel M. L. Anisotropie magnétique superficielle et surstructures d'orientation // J. Phys. Radium – 1954. – V. 15. P. 225-239.
92. Zhukov A. Design of the magnetic properties of Fe-rich, glass-coated microwires for technical applications // Adv. Fun. Materials – 2006. – V. 16. P. 675-680.
93. T. Jagielinski, Flash annealing of amorphous alloys, IEEE Trans.Magn. Mag- 19 (1983) 1925–1927.

94. Zhukov, A. Talaat, M. Ipatov, V. Zhukova, Tailoring of high frequency giant magnetoimpedance effect of amorphous Co-rich microwires, IEEE Magn. Lett. 6 (2015) 2500104.
95. Zhukov, M. Ipatov, V. Zhukova, K.H.J. Buschow (Ed.), Advances in Giant Magnetoimpedance of Materials, Handbook of Magnetic Materials, vol. 24, 2015, p. 139 (chapter 2).
96. L. González-Legarreta, V.M. Prida, B. Hernando, M. Ipatov, V. Zhukova, A.P. Zhukov, J. González, Magnetoimpedance dependence on width in Co66.5Fe3.5Si12.0B18.0 amorphous alloy ribbons, J. Appl. Phys. 113 (2013) 053905.
97. Talaat, M. Ipatov, V. Zhukova, A.P. Zhukov, J. González, L. González-Legarreta, V.M. Prida, B. Hernando, High frequency magnetoimpedance response of stress annealed Co66.3Fe3.7Si12.0B18.0 amorphous alloy ribbons, J. Appl. Phys. 114 (2013) 023904.
98. Zhukov, E. Shuvaeva, S. Kaloshkin, M. Churyukanova, E. Kostitcyna, M. Zhdanova, A. Talaat, M. Ipatov, V. Zhukova, Studies of interfacial layer and its effect on magnetic properties of glass-coated microwires, J. Electron. Mater. 45 (2016) 2381–2387.
99. X.D. Wanga, J.S. Liua,b, D.W. Xinga, D.M. Chena, H. Wanga, J.Fei Suna, Thermal Stability of Giant Magneto-impedance Effect in Glasscovered Amorphous Wires, Physics Procedia, Volume 48, 2013, Pages 152-159.
100. Z.J. Zhao, X.P. Li, J. Fan, H.L. Seet, X.B. Qian, P. Ripka, Comparative study of the sensing performance of orthogonal fluxgate sensors with different amorphous sensing elements, Sens. Actuat. 136 (2007) 90.
101. Sasada, Orthogonal fluxgate mechanism operated with dc biased excitation, J. Appl. Phys. 91 (2002) 7789.
102. K. Mohri, T. Uchiyama, L.V. Panina, M. Yamamoto, K. Bushida, Recent advances of amorphous wire cmos ic magneto-impedance sensors: innovative high-performance micromagnetic sensor chip, J. Sens. 2015 (2015) 718069.
103. S. Gudoshnikov, N. Usov, A. Nozdrin, M. Ipatov, A. Zhukov, V. Zhukova, Highly sensitive magnetometer based on the off-diagonal GMI effect in Co-rich glass-coated wire, J. Appl. Phys. 211 (2014) 980.
104. V.M. Garcia-Chocano, H. Garcia-Miquel, DC and AC linear magnetic field sensor based on glass-coated amorphous microwires with giant magnetoimpedance, J. Magn. Magn. Mater. 378 (2015) 485.
105. M. Vazquez, Soft magnetic wires, Phys. B Condensed Matter. 299 (2001) 302.
106. A.A. Rakhmanov, N. Perov, P. Sheverdyaeva, A. Granovsky, A.S. Antonov, The temperature dependence of the magneto-impedance effect in the Co-based amorphous wires, Sens. Actuat. A 106 (2003) 240.

107. N.A. Yudanov, S.A. Evstigneeva, L.V. Panina, A.T. Morchenko, V.G. Kostishyn, Temperature dependence of the off-diagonal magnetoimpedance in sensor configuration utilizing Co-rich amorphous wires, Phys. Status Solidi A 213 (2016) 372.
108. M. Kurniawan, R.K. Roy, A.K. Panda, D.W. Greve, P.R. Ohodnicki, M.E. McHenry, Interplay of stress, temperature and giant magnetoimpedance in amorphous soft magnets, J. Appl. Phys. 105 (2014) 222407.
109. Nabias Julie, Asfour Aktham, Yonnet Jean-Paul, Temperature dependence of giant magnetoimpedance in amorphous microwires for sensor application, IEEE Trans. Magn. 53 (2017) 4001005.
110. G. Chen, X.L. Yang, L. Zeng, J.X. Yang, F.F. Gong, D.P. Yang, Z.C. Wang, High-temperature giant magnetoimpedance in Fe-based nanocrystalline alloy, J. Appl. Phys. 87 (2000) 5263.
111. L.V. Panina, A. Dzhumazoda, S.A. Evstigneeva, A.M. Adam, A.T. Morchenko, N.A. Udanov, V.G. Kostishyn, Temperature effects on magnetization processes and magnetoimpedance in low magnetostrictive amorphous microwires, J. Magn. Magn. Mater. 459 (2018) 147.
112. Greer A. L., Leake J. A. Structural relaxation and cross-over effect in a metallic glass // J. Non-Cryst. Solids – 1979. – V. 33. P. 291-297.
113. Néel M. L. Anisotropie magnétique superficielle et surstructures d'orientation // J. Phys. Radium – 1954. – V. 15. P. 225-239.
114. Zhukov A. Design of the magnetic properties of Fe-rich, glass-coated microwires for technical applications // Adv. Fun. Materials – 2006. – V. 16. P. 675-680.
115. Y. Honkura. Development of amorphous wire type MI sensors for automobile use. J.Magn. Magn. Mater., 249 375–381 (2002).
116. K. Mohri, T. Uchiyama, L. P. Shen, C. M. Cai, L. V. Panina. Sensitive micro magnetic sensor family utilizing magneto-impedance (MI) and stress-impedance (SI) effects for intelligent measurements and control. Sens. Actuat. A, 91 85–90 (2001).
117. F. Cobeño, A. Zhukov, J. M. Blanco, V. Larin, J. Gonzalez. Magnetoelastic sensor based on GMI of amorphous microwire. Sensors and Actuators (A), 91 95-98 (2001).
118. K. Mohri, Y. Hankura. Amorphous wire and CMOS IC based magneto-impedance sensors-origin, topics, and future. Sens. Lett., 5 267-270 (2007).
119. T. Uchiyama, K. Mohri, S. Nakayama. Measurement of spontaneous oscillatory magnetic field of guinea-pig smooth muscle preparation using pico-tesla resolution amorphous wire magneto-impedance sensor. IEEE Trans. Magns., 47 (10) 3070-3073 (2011).
120. V. Zhukova, M. Ipatov, A. Zhukov. Thin magnetically soft wires for magnetic microsensors. Sensors, 9 9216-9240 (2009).

121. H. Chiriac, M. Tibu, A. E. Moga, D. D. Herea. Magnetic GMI sensor for detection of biomolecules. J. Magn. Magn. Mater., 293 671-676 (2005).
122. J. Devkota, T. Luong, J. S. Liu, H. Shen, F. X. Qin, J. F. Sun, P. Mukherjee, H. Srikanth, M. H. Phan. A soft ferromagnetic multiwire-based inductance coil sensor for sensing applications. J. of Appl. Phys., 116 234504:1-8 (2014).
123. S. Nakayama, T. Uchiyama. Real-time measurement of biomagnetic vector fields in functional syncytium using amorphous metal. Sci. Rep. 5, 8837 1-9 DOI:10.1038/srep08837 (2015).
124. D. Makhnovskiy, A. Zhukov, V. Zhukova, J. Gonzalez. Tunable and self-sensing microwave composite materials incorporating ferromagnetic microwires. Advs. Sci. Technol., 54 201–210 (2008).
125. R. Hudak et al., Nanocrystalline magnetic glass-coated microwires using the effect of superparamagnetism are usable as temperature sensors in biomedical applications, IEEE Trans. Magn. 53 (2017) 5300305.
126. Zhukov et al., Microwires coated by glass: a new family of soft and hard magnetic materials, J. Mater. Res. 15 (2000) 2107–2113.
127. M. Vazquez, Advanced magnetic microwires, in: H. Kronmüller, S.S.P. Parkin (Eds.), Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials, vol. 4, Wiley, Chichester, U.K., 2007, p. 2193.
128. Sulla et al., Utilizing magnetic microwires for sensing in biological applications, J. Electr. Eng. 66 (2015) 161–163.
129. R. Sabol et al., Novel applications of bistable magnetic microwires, Acta Phys. Polonica A 131 (2017) 1150–1152.
130. P. Marín, D. Cortina, A. Hernando, High-frequency behavior of amorphous microwires and its applications, JMMM 290–291 (2005) 1597–1600.
131. P. Marín, M. Marcos, A. Hernando, High magnetomechanical coupling on magnetic microwire for sensors with biological applications, Appl. Phys. Lett. 96 (2010) 262512.
132. A.M. Aragón et al., Liquid pressure wireless sensor based on magnetostrictive microwires for applications in cardiovascular localized diagnostic, AIP Adv. 5 (2015) 087132.
133. Herrero-Gómez et al., Stress and field contactless sensor based on the scattering of electromagnetic waves by a single ferromagnetic microwire, Appl. Phys. Lett. 105 (2014) 092405.
134. K. Chichay et al., Effect of temperature and time of stress annealing on magnetic properties of amorphous microwires, Acta Phys. Polonica A 15 (2015) 600–602.

135. Kozejova, L. Fecova, P. Klein, R. Sabol, R. Hudak, I. Sulla, D. Mudronova, J. Galik f, R. Varga, Biomedical applications of glass-coated microwires, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 470 (2019) 2–5
136. H. Chiriac, S. Corodeanu, M. Lostun, G. Stoian, G. Ababei, and T.-A. Óvári, Rapidly solidified amorphous nanowires, J. Appl. Phys. 109, (2011) 063902-063902-4.
137. S.A. Baranov, V.S. Larin, and A.V. Torcunov, Technology, preparation and properties of the cast glass-coated magnetic microwires, Crystals 7, (2017) 136.
138. Антонов А.С. Магнитоимпеданс ферромагнитных микропроводов, тонких пленок и мультислоев при высоких частотах: докт. дис. – М.:2003.
139. H. Chiriac and T. A. Ovari Amorphous glass-covered magnetic wires: preparation, properties, applications, Progress in Materials Science Vol. 40. (1996), pp. 333407
140. H. Chiriac, T.A. Ovarl, Gh. Pop, “Magnetic behavior of glass-covered amorphous wires”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 157/158 (1996) 227-228
141. Gomez-Polo and M. Vazquez. Structural relaxation and magnetic properties of Co-rich amorphous wire, J. Magn. Magn. Mater. 118 (1993) 86-92.
142. V. Zhukova, A.F. Cobeño, A. Zhukov, J.M: Blanco, S. Puerta, J. González and M. Vázquez. Tailoring of magnetic properties of glass-coated microwires by current annealing, J. Non-Cryst. Solids 287 (2001) 31-36.
143. Gomez-Polo and M. Vazquez. Structural relaxation and magnetic properties of Co-rich amorphous wire, J. Magn. Magn. Mater. 118 (1993) 86-92.
144. V. Zhukova, A.F. Cobeño, A. Zhukov, J.M: Blanco, S. Puerta, J. González and M. Vázquez. Tailoring of magnetic properties of glass-coated microwires by current annealing
145. H. Chiriac, T.A. Ovari, Gh. Pop, F. Barariu, Effect of glass removal on the magnetic behavior of FeSiB glass-covered wires, IEEE Trans. on Magn. 33, (1997) 782.
146. S. Corodeanu, T.A. Óvári, H. Chiriac, Effect of in situ glass removal on the magnetic switching in amorphous microwires, IEEE Trans. on Magn. 50, (2014) 2007204.
147. T. Egami, Structure and magnetism of amorphous alloys, IEEE Trans. on Magn. 7, (1981)
148. M. Churyukanova, V. Zhukova, A. Talaat, S. Kaloshkin, E. Kostitcyna, E. Shuvaeva, S. Gudoshnikov, V. Sudarchikova, A. Zhukov, Correlation between thermal and magnetic properties of glass coated microwires, J. Alloys Compd. 615 (2014) S242–S246.
149. 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 Trans. on Magn. 53 (2017) 2003106.